Handbuch

für

Zuckerfabriks-Chemiker

von

F. Stolle


R ESE



Handbuch

für

Zuckerfabriks-Chemiker.

Methoden und Vorschriften

für die

Untersuchung von Rohprodukten, Erzeugnissen und Hilfsprodukten

der

Zuckerindustrie.

Von

F. Stolle,

Direktionsassistent der Raffinerie „Tölö Sockerbruks Aktiebolag" Helsingfors, Finnland.



Mit 110 Textabbildungen.

BERLIN.
VERLAGSBUCHHANDLUNG PAUL PAREY.
Verlag für Landwirtschaft, Gartenbau und Forstwesen.
SW., Hedemannstrasse 10.
1904.

Herrn Professor Dr. Alexander Herzfeld

in aufrichtiger

Verehrung und Dankbarkeit

gewidmet

vom

Verfasser.

Vorwort.

Das vorliegende Buch unterscheidet sich von den vielen die Zuckeranalyse lehrenden älteren dadurch, dafs es weniger ein Lehrbuch als wie ein Handbuch ist, welches mit noch nicht dagewesener Vollständigkeit die zahlreichen analytischen Methoden systematisch geordnet nebeneinander stellt, welche in neuerer Zeit zur Untersuchung der Haupt- und Hilfsprodukte der Zuckerfabrikation ausgearbeitet worden sind.

Es ist meines Erachtens seinem ganzen Wesen nach nicht dazu ausersehen, den so beliebten Frühling und Schulz im Gebrauch für Anfänger zu verdrängen, dagegen wird es fortgeschritteneren Chemikern, welche nur wenig Literatur zur Verfügung haben — in dieser Lage befinden sich ja leider sehr viele rührige Fachgenossen, die in Zuckerfabriken angestellt sind — ein sehr willkommenes Hilfsmittel sein.

Berlin, den 9. April 1904.

Prof. Dr. A. Herzfeld.

In der vorliegenden Arbeit habe ich mich bemüht, alle Methoden und Vorschriften zusammenzustellen, die für den Chemiker bei der Ausführung der im Betriebe vorkommenden Untersuchungen von Wichtigkeit sind.

Wenn auch der behandelte Stoff ein bekannter ist, so wird sich dennoch vielleicht manches finden, was in anderen derartigen Werken nicht aufgenommen ist und trotzdem von einigem Interesse sein kann. Vor allen Dingen sind aber die Bedürfnisse der Praxis berücksichtigt.

Von einer Beschreibung der chemischen Operationen im allgemeinen wurde aus dem Grunde Abstand genommen, weil ja der in die Industrie eintretende Chemiker in der Ausführung von Analysen bewandert ist und die erforderliche allgemeine Technik der analytischen Methoden sich im Laboratorium der Hochschule bereits erworben hat.

Die Einführung des neuen Normalgewichtes 26,00 g und des wahren Kubikzentimeters für die Zwecke der Polarisation, welche ja jetzt auch durch die neuen Ausführungsbestimmungen zum Zuckersteuergesetz amtlich vorgeschrieben sind, findet sich an den betreffenden Stellen gebührend berücksichtigt.

Da jedoch in der Industrie der Übergang vom alten zum neuen Normalgewichte, sowie vom Mohr'schen zum wahren Kubikzentimeter noch nicht so schnell vor sich gehen wird, so sind, sobald vom Normalgewichte die Rede ist, stets beide Gewichte angegeben.

Es ist mir eine angenehme Pflicht, den Herren Prof. Dr. A. Herzfeld und Prof. Dr. A. Rindell auch an dieser Stelle für das Interesse zu danken, welches sie meiner bescheidenen Arbeit entgegengebracht haben, indem mir beide Herren in liebenswürdigster Weise mit so manchem guten Rate zur Seite standen.

Helsingfors, im April 1904.

F. Stolle.

Inhalt.

I. Übersicht über die Zuckerarten.

Seite

Glykose oder Traubenzucker 4
Multirotation 6
Wesen der Gärung 10
Lävulose oder Fruchtzucker 13
Der Invertzucker 16
Saccharose oder Rohrzucker 19
Maltose oder Malzzucker 26
Raffinose oder Melitriose 28

II. Analytische Bestimmungsmethoden.

Polarisationsmethode 30
a) Strahlengang im Apparat 34
b) Die in der Technik benutzten Saccharimeter. (Theorie der optischen Teile) 40
Farbenapparate 41
Halbschattensaccharimeter 44
c) Beschreibung der Saccharimeter 53
1. Der Apparat von Laurent 53
2. Der Apparat von Soleil-Ventzke-Scheibler 55
3. Halbschattensaccharimeter mit einfacher Keilkompensation 56
4. Halbschattenapparat mit doppelter Keilkompensation 56
5. Apparat mit Vergröfserungsskala, Rübenapparat 60
6. Halbschattenapparat von Peters 61
7. Polarisationsapparat von Josef & Jan Frič (Prag) 62
8. Polarisationsapparat mit Skala am Quarzkeil selbst (Dr. G. Bruhns) 62
Beobachtungslampen 62
Homogenes Licht 62
Weifses Licht 63
Beobachtungsröhren 65
Untersuchung der Lösungen im Halbschattensaccharimeter 69
Spezifische Gewichtsmethode 71
Temperatur-Korrektionstabelle (Sachs-Stammer) 75
Tabelle der Umrechnung von Graden Brix bei verschiedenen Temperaturen auf solche von + 20° C. 76

Seite

Bestimmung des spezifischen Gewichts vermittelst der hydrostatischen Wage . . . 86
Bestimmung des spezifischen Gewichts vermittelst des Pyknometers . . . 89
Dichte des Wassers bei verschiedenen Temperaturen . . . 91
Vergleichstabellen für Brix-Grade, spezifisches Gewicht und Baumé-Grade . . . 93
Inversionsmethode . . . 113
Reduktionsmethoden . . . 114
a) Gewichtsanalytische Bestimmung . . . 114
b) Mafsanalytische Bestimmungen . . . 120
1. Nach Soxhlet . . . 120
Tabelle nach Herzfeld zur Berechnung des Gesamtzuckers . . . 121
2. Nach Stolle . . . 123
Optische Methode . . . 127
Formel nach Clerget (verbessert) . . . 128
Hammerschmidt's Korrektionstabelle . . . 129
Zucker- und Raffinose-Formeln . . . 130

III. Spezieller Teil.

Zucker . . . 133
Probenahme . . . 133
Ausführung der Polarisation . . . 134
Bestimmung des Wassergehaltes . . . 139
Bestimmung des Aschengehaltes . . . 143
Bestimmung der Alkalität . . . 150
1. Eine konzentrierte Phenolphtaleïnlösung . . . 150
2. Neutrales Wasser . . . 150
3. Die verdünnte Schwefelsäure . . . 150
4. Die verdünnte Natronlauge . . . 151
Die Alkalitätsbestimmungen . . . 151
1. Der Zucker ist alkalisch . . . 151
2. Der Zucker ist sauer . . . 151
3. Alkalitätsbestimmung von dunklen Rohzuckern . . . 151
Bestimmung des Invertzuckergehaltes . . . 152
Die gewichtsanalytische Bestimmung geringer Mengen Invertzucker neben Rohrzucker . . . 152
1. Qualitative Prüfung . . . 152
2. Quantitative Bestimmung kleinerer Invertzuckermengen . . . 153
Herzfeld's Tabelle für 10 g Substanz . . . 155
Baumann's Tabelle für 5 g Substanz . . . 155
Die gewichtsanalytische Bestimmung gröfserer Mengen Invertzucker neben Rohrzucker . . . 156
Hiller's Faktorentabelle . . . 158
Titrimetrische Bestimmung des Invertzuckers neben Rohrzucker (Cyankalimethode) . . . 158

Seite

Berechnung des organischen Nichtzuckers 160
Untersuchung von Produkten, die Rohrzucker, Raffinose und gröfsere Mengen Invertzucker gleichzeitig enthalten 160
Die Bestimmung der Farbe 163
Prüfung auf schweflige Säure 166
Berechnung des Rendements 167

Zuckersteuer-Ausführungsbestimmungen nach den Abänderungen vom 6. Januar 1903 169
Anlage A. Anleitung für die Steuerstellen 169
Anlage B. Anleitung für die Chemiker 173
Anlage C. Anleitung zur Bestimmung der Polarisation 182
Anlage E. Anleitung zur Ermittelung des Zuckergehaltes von zuckerhaltigen Waren 187

Die Zuckerrübe 196
Probenahme 196
Die Zuckerbestimmung in der Rübe 198
Ausführung der Zuckerbestimmungen 203
1. Die alkoholische Extraktion 204
2. Die Digestionsmethoden 209
a) Die heifse alhoholische Digestion 209
b) Die kalte alkoholische Digestion oder Alkoholbrei-Polarisation 212
c) Die heifse wässerige Digestion 212
d) Die kalte wässerige Digestion 213
Die Untersuchung der ausgelaugten Schnitzel 216
Untersuchung der ausgelaugten Schnitzel auf optisch aktive Nichtzuckerstoffe 217
Bestimmung des Saft- bezw. Markgehaltes der Rübe 217
Bestimmung des Wassergehaltes 220
Bestimmung des Invertzuckergehaltes in der Rübe nach Claafsen . 220

Saftuntersuchungen 222
a) Rüben-Rohsäfte, Dünnsäfte 222
Bestimmung des spezifischen Gewichtes 223
Bestimmung des Zuckergehaltes 225
1. Gewichtsmethode 225
2. Mafsmethode 225
Bestimmung des Wasser- und Nichtzuckergehaltes 227
Tabelle von Schmitz 228
Der Reinheitsquotient der Säfte 236
Bestimmung des Aschengehaltes und des organischen Nichtzuckers . 244
Bestimmung des Invertzuckergehaltes 245
Bestimmung der Alkalität und des Kalkgehaltes 246
Die Bestimmung der Farbe 250
Rümpler's Tabelle 251
b) Dicksäfte und Füllmassen 252
Bestimmung des spezifischen Gewichtes 252

Seite

Bestimmung des Zuckergehaltes 255
Bestimmung des Wasser- und Nichtzuckergehaltes 256
Bestimmung des Aschengehaltes 256
Bestimmung der Alkalität 256
Bestimmung der Farbe 256
Bestimmung des Invertzuckers 257
Bestimmung der Raffinose 257
Bestimmung des Kristallgehaltes der Füllmassen 257
c) Absüfs- und Ablaufwässer 262
Bestimmung des Zuckergehaltes. (Qualitativ und quantitativ.) . . 262
Bestimmung von Wasser-, Salzgehalt und Nichtzucker 264
Absüfsspindeln 265
Prefsschlamm, Scheideschlamm 266
Produkte der Verarbeitung von Melasse 269
Kalksaccharat und dessen Abfalllauge 269
a) Kalksaccharat 269
Bestimmung des spezifischen Gewichtes 269
Bestimmung des Zuckergehaltes 270
Bestimmung des Kalkgehaltes 270
b) Der saturierte Saft 270
Bestimmung des Zuckergehaltes 271
Bestimmung des Wassers und Nichtzuckers 271
Bestimmung des Aschengehaltes 271
c) Abfalllauge 273
Bestimmung des spezifischen Gewichtes 273
Bestimmung des Zuckergehaltes 273
Bestimmung des Kaligehaltes 274
Bestimmung des Stickstoffes 274
Strontian-Saccharat 275
Bestimmung des Strontiumhydroxydes 275
Weitere Untersuchungen des Saccharates 275
Schleudersalz 275
Osmosewässer 276
Bestimmung des spezifischen Gewichtes 276
Bestimmung des Zuckergehaltes 276
Bestimmung des Invertzuckers 277
Bestimmung der Alkalität 277

IV. Hilfsprodukte sowie Nebenprodukte der Zuckerfabrikation.

Wasser 278
Allgemeines 278
Prüfung der physikalischen Eigenschaften 280
Chemische Untersuchung 281
1. Der Abdampfrückstand 281
2. Bestimmung der mineralischen Stoffe oder des Glühverlustes . . 282

Seite
3. Härtebestimmung 283
4. Kalk und Magnesia 288
5. Chlor 289
6. Schwefelsäure 290
7. Salpetersäure, Nitrate 291
8. Salpetrige Säure, Nitrite 294
9. Ammoniak 297
10. Suspendierter und gelöster organischer Stickstoff und Ammoniak 300
11. Bestimmung des organisch gebundenen Stickstoffs (bezw. des sogenannten Albuminoïd-Ammoniaks) 301
12. Organische Substanzen 302
13. Eisen 308
14. Kohlensäure 309
15. Schwefelwasserstoff 310
16. Bestimmung des im Wasser gelösten Sauerstoffs 311
17. Nachweis von Eiweifsverbindungen, Zucker, Stärke, Hefe 313
18. Reinigung des Wassers mit Kalk oder Soda 314
19. Probenahme für Abwässer 314
20. Zusammenstellung der analytischen Zahlen 316

Kalk 317
1. Kalkstein 317
a) Vorprüfungen 318
Bestimmung des Gehaltes an kohlensaurem Kalk vermittelst des Kalzimeters 318
Titrimetrische Kalkbestimmung 319
b) Analyse des Kalksteines 322
Bestimmung der Feuchtigkeit 322
Glühverlust 322
Kohlensäure 323
Unzersetztes (Sand und Ton) 324
Eisenoxyd und Tonerde 324
Kalk 325
Magnesia 326
Schwefelsäure 327
Alkalien 327
c) Gebrannter Kalk, Ätzkalk, Scheidekalk 328
1. Scheidekalk 330
Hydratwasser und Kohlensäure 330
Kieselsäure und Sand 330
Eisenoxyd und Tonerde 331
Kalk 331
1. Titrimetrische Bestimmung des freien CaO 331
2. Titrimetrische Bestimmung des Gesamtkalkes 331
3. Prüfung des Kalkes nach Herzfeld 332
Magnesia 332

Seite

Schwefelsäure . . . 333
Alkalien . . . 334
2. Kalkmilch . . . 334
Bestimmung des Gehaltes der Kalkmilch an Ätzkalk auf aräometrischem Wege nach Blattner . . . 334
Tabelle nach Blattner . . . 335
Apparat zur Kontrolle des Kalkofenbetriebes von Stiepel . . . 335
1. Theoretisches Prinzip des Kalorimeters . . . 336
2. Beschreibung des Apparates . . . 337
3. Ausführung der Bestimmung . . . 339

Saturationsgas . . . 340
Kohlensäure . . . 340
1. Bestimmung mit der Stammer'schen Röhre . . . 340
2. Bestimmung mit dem Scheibler'schen Apparat . . . 343
Schweflige Säure . . . 348
Schwefelwasserstoff . . . 349

Strontianit und strontiumhaltige Fabrikationsprodukte . . . 350
1. Strontianit . . . 351
a) Qualitative Analyse . . . 351
Kalk . . . 351
Baryt . . . 352
Strontium . . . 352
b) Quantitative Analyse . . . 352
Feuchtigkeit . . . 352
Unlösliches in Säuren . . . 353
Eisenoxyd und Tonerde . . . 353
Strontiumkarbonat . . . 353
Kalziumkarbonat . . . 355
Vereinfachte Analyse . . . 355
2. Strontiumhaltige Fabrikationsprodukte . . . 355
a) Glühmasse . . . 355
b) Weifses Salz, braunes Salz und Schleudersalz . . . 356
Strontiumhydroxyd . . . 356
Zucker im Schleudersalz . . . 356

Schlempekohle . . . 357
Probenahme . . . 357
Feuchtigkeit . . . 357
Unlösliches (Kohle, Sand und Ton) . . . 357
Gesamt-Alkalisalze . . . 358
Chlorkalium . . . 358
Schwefelsaures Kalium . . . 358
Phosphorsaures Kalium . . . 359
Kohlensaures Kalium . . . 359
Kohlensaures Natrium . . . 360

Seite
Knochenkohle . . . 361
Allgemeines . . . 361
Probenahme . . . 366
Wasserbestimmung . . . 367
Spezifisches Gewicht . . . 367
1. Scheinbares spezifisches Gewicht . . . 367
2. Wirkliches spezifisches Gewicht . . . 367
Kohlenstoff, Sand und Ton . . . 368
Kohlensaurer Kalk . . . 370
Tabelle nach Scheibler . . . 373
Schwefelsaures Kalzium, Gips . . . 374
Tabelle nach Scheibler . . . 375
Sulfidschwefel . . . 376
Eisen . . . 378
Phosphorsäure . . . 378
Entfärbungskraft . . . 378
Zuckergehalt der Betriebskohle . . . 379
Brennmaterialien . . . 381
Probenahme . . . 382
Wasserbestimmung . . . 383
Aschenbestimmung . . . 383
Schwefelbestimmung . . . 384
Kohlenstoff und Wasserstoff . . . 385
Brennwert . . . 387
1. Berechnung aus der Elementaranalyse . . . 387
2. Bestimmung im Kalorimeter . . . 388
Ausführung einer Bestimmung . . . 391
Rauchgasanalyse . . . 399
Kohlensaures Natron, Soda . . . 405
Tabelle (Gerlach-Lunge) . . . 406
Wassergehalt . . . 407
Bestimmung des Titers der Soda . . . 407
Bestimmung des Ätznatrons . . . 408
Natriumsulfat . . . 408
Natriumchlorid . . . 408
Kaustische Soda, Ätznatron . . . 409
Wasser . . . 409
Gesamttiter . . . 410
Tabelle für den Gehalt der Ätznatronlaugen . . . 411
Tabelle der Handelsgrade der Soda . . . 412
Salzsäure . . . 415
Stärke der Salzsäure . . . 415
Schwefelsäure . . . 416
Arsen . . . 416
Tabelle der Volumgewichte von Salzsäure (Lunge und Marchlewski) 418

Seite

V. Landwirtschaftlicher Teil.

Rübensamen 420
Ausführung der Bestimmungen 422
Fremde Bestandteile (Blätter, Stengelstückchen, Erde, Steinchen usw.) 422
Feuchtigkeit 422
Bestimmung der Keimfähigkeit 422

Boden-Untersuchungen 428
a) Mineralböden 428
Probenahme 429
1. Mechanische Analyse 430
2. Physikalische Untersuchung 433
a) Bestimmung der Absorptionsgröſse des Bodens gegen $^1/_{10}$ resp. $^1/_{100}$ Normallösungen der wichtigeren Pflanzennährstoffe 433
b) Bestimmung der wasserfassenden Kraft oder Wasserkapazität des Bodens 435
3. Chemische Untersuchung 436
Behandlung mit kohlensäurehaltigem Wasser 436
Behandlung mit kalter konzentrierter Salzsäure 437
Behandlung mit heiſser konzentrierter Salzsäure 438
Bestimmung der einzelnen Bestandteile der obigen Lösungen . . 438
1. Kieselsäure und Zerstörung des Humus 438
2. Eisenoxyd, Tonerde und Phosphorsäure 439
3. Mangan 440
4. Kalk 440
5. Magnesia 440
6. Schwefelsäure 441
7. Alkalien 441
Behandlung des Bodens mit konzentrierter Schwefelsäure . . . 441
1. Kieselsäure 442
Behandlung mit Fluſssäure 442
Bestimmung einzelner Bestandteile im Boden 443
1. Hygroskopisches Wasser 443
2. Chemisch gebundenes Wasser (Glühverlust) 443
3. Humus 444
4. Kohlensäure 444
5. Gesamtstickstoff 445
6. Ammoniakstickstoff 445
7. Salpetersäurestickstoff 445
8. Chlor 446
9. Schwefel 446
10. Eisen 448
Muster einer Bodenanalyse 448

b) Moorböden 450
Probenahme 450
Volumgewicht 451

Seite

Trockensubstanz . . . 452
Veraschung . . . 452
Bestimmung der einzelnen Bestandteile . . . 452
Künstliche Düngemittel . . . 454
Stickstoffbestimmungen . . . 454
1. Stickstoffbestimmung salpetersäurefreier Substanzen nach Kjeldahl-Wilfarth . . . 454
2. Gesamtstickstoffbestimmung nach Kjeldahl-Jodlbauer . . . 457
3. Salpeterstickstoff . . . 458
a) Nach Ulsch . . . 458
b) Nach Schlösing-Grandeau-Wagner . . . 458
4. Ammoniak-Stickstoff . . . 460
a) Durch Destillation . . . 460
b) Volumetrische Bestimmung . . . 460
Dietrich's Stickstofftabellen . . . 463
Phosphorsäurebestimmungen . . . 466
1. Wasserlösliche Phosphorsäure . . . 467
a) Molybdän-Methode . . . 467
b) Zitrat-Methode . . . 468
2. Zitratlösliche Phosphorsäure . . . 469
3. Gesamt-Phosphorsäure . . . 470
Kalibestimmungen . . . 470
1. Genaue Methode auch bei Gegenwart von Phosphorsäure, Eisen, Aluminium usw. . . . 470
2. Schnelle Methode . . . 471
Vorschriften für die Untersuchung der einzelnen Düngemittel 473
Probenahme . . . 473
Vorbereitung der Proben im Laboratorium und allgemeine Bestimmungen . . . 473
Wasserbestimmung . . . 474
1. Blutmehl, Ledermehl, Wolle, Wollstaub, Haare, Hornmehl, Fleischdüngemehl, Fischguano . . . 474
Feuchtigkeit . . . 474
Phosphorsäure . . . 475
Stickstoff . . . 475
Asche und Sand . . . 475
2. Knochenmehl . . . 476
a) Rohes und gedämpftes Knochenmehl . . . 476
Feuchtigkeit . . . 476
Phosphorsäure . . . 476
Stickstoff . . . 476
Asche, Glührückstand resp. organische Substanz, Sand und Reinheit 476
Haut- und hornartige Stoffe . . . 477
Feinheit . . . 477
b) Aufgeschlossenes Knochenmehl . . . 477
Feuchtigkeit . . . 477

Seite
Wasserlösliche Phosphorsäure 478
Gesamt-Phosphorsäure 478
Stickstoff 478
3. Roher Peruguano 478
Feuchtigkeit 478
Stickstoff 479
Phosphorsäure 479
Kali 480
Asche 480
Gesamt-Oxalsäure 480
Harnsäure 480
4. Guanophosphate, wie Baker-, Mejillones-, Jarrisguano usw. 481
Stickstoff 481
Unlösliche Phosphorsäure 481
Asche und Sand 481
5. Knochenkohle 481
Feuchtigkeit 481
Phosphorsäure 481
Unlösliches 482
6. Mineralphosphate 482
a) Thomasmehl 482
Phosphorsäure 482
a) Gesamt-Phosphorsäure 482
b) Zitronensäurelösliche Phosphorsäure 483
Kalk 483
Kieselsäure und Sand 484
Feinmehlgehalt 484
b) Phosphorite, Apatite, Koprolithe, Osteolithe usw. 485
Feuchtigkeit 485
Phosphorsäure 485
c) Präzipitierte Phosphate 485
Gesamt-Phosphorsäure 485
Zitratlösliche Phosphorsäure 485
7. Superphosphate 486
Feuchtigkeit 486
Phosphorsäure 486
8. Scheideschlamm 487
Feuchtigkeit 487
Phosphorsäure 487
Stickstoff 488
Kali 488
Kohlensaurer Kalk 488
Berechnung 488
9. Ammonsulfat 489
Feuchtigkeit 489
Stickstoff 489

Seite

10. Salpeter . . . 490
a) Chili- oder Natronsalpeter . . . 490
Feuchtigkeit . . . 490
Sand . . . 490
Schwefelsäure . . . 490
Chlor . . . 490
Perchlorat . . . 490
Stickstoff . . . 491
b) Kalisalpeter . . . 491
Feuchtigkeit . . . 491
Stickstoff . . . 491
Kali . . . 491
11. Kalisalze . . . 492
Feuchtigkeit . . . 492
Kali . . . 492
12. Düngergemische . . . 492
Phosphorsäure . . . 492
Kali . . . 492
Gesamtstickstoff . . . 493
Ammoniakstickstoff . . . 493
Salpetersäurestickstoff . . . 493
Organischer Stickstoff . . . 493
Futtermittel . . . 494
Melassefutter . . . 494
Zucker . . . 494
Feuchtigkeit . . . 499
Fett . . . 499
Stickstoff . . . 499

Anhang.

Die Eichung der Mefsgefäfse . . . 500
Die Indikatoren . . . 504
Lackmus . . . 507
Methylorange . . . 509
Phenolphtaleïn . . . 510
Herstellung von Normallösungen . . . 512
a) Normalsäuren . . . 513
Normal-Salzsäure . . . 513
Normal-Schwefelsäure . . . 515
Normal-Oxalsäure . . . 515
b) Normallaugen . . . 517
Natronlauge . . . 517
Kalilauge . . . 518
Barytwasser . . . 518
Tabelle für Normalsäuren . . . 519

Seite
Tabelle für Normallaugen . . . 519
$^1/_{10}$ Normal-Silberlösung . . . 520
$^1/_{100}$ Kaliumpermanganatlösung (Chamäleonlösung) . . . 520
Kaliumpermanganatlösung zur Eisenbestimmung . . . 521
Seifenlösung für Härtebestimmung des Wassers . . . 521
Bereitung und Prüfung der Reagentien . . . 523
Äther . . . 523
Ätznatron . . . 523
Ätzkali . . . 524
Alkohol, Weingeist . . . 524
Ammoniak . . . 525
Ammoniumkarbonatlösung . . . 525
Ammoniumchloridlösung . . . 525
Ammoniumzitratlösung . . . 525
Ammoniumnitratlösung . . . 526
Ammoniumoxalatlösung . . . 526
Ammoniumrhodanidlösung . . . 526
Barytwasser . . . 526
Bleiessig . . . 527
Bleipapier . . . 527
Bromlauge . . . 527
Bromwasser . . . 528
Chlorbaryumlösung . . . 528
Zitronensäurelösung . . . 528
Cochenille-Tinktur . . . 528
Eisenchlorürlösung . . . 529
Essigsäure . . . 529
Fehling'sche Kupferlösung . . . 529
Ferrozyankaliumlösung . . . 530
Gipswasser . . . 530
Jodkalium . . . 531
Jod-Zink-Stärkelösung . . . 531
Kalilauge . . . 532
Kalkwasser . . . 532
Knochenkohle (extrahierte für Clerget's Polarisation) . . . 532
Kupferchlorürlösung (für Orsat's Apparat) . . . 533
Lackmustinktur . . . 533
Lackmuspapier . . . 533
Neutral chromsaures Kali . . . 533
Alkalische Kaliumpermanganatlösung . . . 533
Kurkumapapier . . . 534
Magnesia (gebrannte) . . . 534
Magnesiamixtur . . . 534
Molybdänlösung . . . 535
Millons Reagens . . . 535

Seite

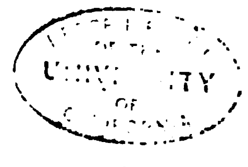
Natriumkarbonat 535
Natriumkarbonatlösung 536
Natriumphosphatlösung 536
Natriumnitritlösung 536
Oxydationslösung für die Wasseranalyse 536
Natronlauge 537
Oxalsäure 537
Phenolphtaleïnlösung 537
Phenol-Schwefelsäure 537
Platinchloridlösung 537
Pyrogallussäurelösung 538
Quecksilberkaliumjodidlösung (Nefsler's Reagens) 538
Reagentien für die Bestimmung des Sauerstoffes im Wasser 538
Chlorammoniumlösung für kolorimetrische Ammoniakbestimmung . . . 539
Rohrzucker, chemisch rein 539
Salpetersäure 539
Salpetersäure, rauchende 540
Salpetersäure, verdünnte 540
Salzsäure 540
Schwefelkaliumlösung 540
Schwefelsäure, konzentrierte 540
Schwefelsäure, verdünnte 541
Schwefelwasserstoffwasser 541
Silbernitratlösung 541
Tonerdebrei 542
Wasser, destilliertes 542
Zinkstaub 542
Internationale Atomgewichte 543
Dichtigkeit des Wassers bei verschiedenen Temperaturen bezogen auf + 4° C. 544
Tabelle der Tension des Wasserdampfes in Millimeter Quecksilber für die Temperaturen von — 2° bis + 23° C., nach Regnault 545
Vergleichung der Thermometerskalen von Celsius, Réaumur und Fahrenheit 547

Faktorentabellen zur Berechnung quantitativer Analysen . . 549
Tabellen zur Berechnung für die Verdünnung von Spiritus (von Brix) 563

Nachtrag.

Über die Haltbarkeit der Diffusionssäfte 574
Analyse des Ultramarins 574

Alphabetisches Sachregister 577



I.

Übersicht über die Zuckerarten.

Die Zuckerarten, mit dem allgemeinen Namen „*Kohlenhydrate*“ bezeichnet, sind eine der wichtigsten Gruppen der organischen Chemie, zu welcher der *Rohrzucker*, sowie dessen hydrolytische Spaltungsprodukte, die *Glykose* und die *Lävulose*, ferner der *Milchzucker* und andere Körper von nicht geringer Bedeutung gehören. Diese Substanzen, welche zum weitaus größten Teile dem Pflanzenreiche entstammen und in demselben eine Reihe der wichtigsten Funktionen übernehmen, sind in vielen Beziehungen verwandt und einander ähnlich. Mehrere derselben finden sich auch im Tierkörper.

Wie schon aus der Bezeichnung „*Kohlenhydrat*“ hervorgeht, bestehen die Zuckerarten nur aus Kohlenstoff, Wasserstoff und Sauerstoff. Die Schematisierung und experimentelle Bearbeitung der einfachsten Zucker, der Glykosen, weist nur noch wenige Lücken auf. Es ist auch gelungen, eine Anzahl dieser Körper auf synthetischem Wege herzustellen, doch gehen zur Zeit die Ansichten über die Konstitution derselben noch auseinander. Einen Überblick über das Gebiet gibt wohl noch immer am besten eine Einteilung in Mono-, Di-, Tri- und Polysaccharide:

Monosaccharide (Monosen) (Glykosen)	Disaccharide (Biosen)	Trisaccharide (Triosen)	Polysaccharide
$C_6H_{12}O_6$ Mannose Glykose (Traubenzucker) Gulose Fruktose (Fruchtzucker) Sorbinose.	$C_{12}H_{22}O_{11}$ Rohrzucker Milchzucker Maltose Trehalose Melibiose.	$(C_{18}H_{32}O_{16})n$ Raffinose (Melitriose) Stachyose Melizitose.	$(C_6H_{10}O_5)n$ Dextrin Inulin Glykogen Gummi Zellulose.

Die *Glykosen* $C_6H_{12}O_6$ sind, wie die meisten wasserlöslichen Kohlenhydrate, neutral reagierende, geruchlose, süſsschmeckende Substanzen, welche in nächster Beziehung zu den sechswertigen Alkoholen, dem Mannit, Sorbit und Dulcit $C_6H_{14}O_6$ stehen. Sie können durch Reduktionsmittel (Natriumamalgam) in letztere übergeführt werden. Durch Chlor- und Bromwasser werden die Glykosen zu einbasischen Säuren, durch Salpetersäure zu zweibasischen Säuren (Tetraoxyadipinsäuren) oxydiert. Die Glykosen zeigen die Fähigkeit, alkalische Metallsalzlösungen (vornehmlich Kupfer- und Silbersalze) zu reduzieren; ferner vereinigen sie sich unter Wasseraustritt mit zwei wichtigen Reagentien auf Aldehyde und Ketone, dem Phenylhydrazin und dem Hydroxylamin. Aus diesen Gründen betrachtet man sie entweder als *Aldehydalkohole* oder als *Ketonalkohole*.

Hinsichtlich ihrer Beziehungen zu den sechswertigen Alkoholen, ferner in Anbetracht ihrer Oxydierbarkeit zu ein- und zweibasischen Säuren, sowie durch ihr ganzes übriges Verhalten sind Mannose, Glykose, Gulose, Idose, Galaktose und Talose als stereoisomere Aldehydalkohole $CH_2(OH)CH(OH).CH(OH).CH(OH).CH(OH).COH$, die Fruktose und Sorbinose dagegen als Ketonalkohole $CH_2(OH).CH(OH).CH(OH).CH(OH).CO.CH_2(OH)$ zu formulieren. In diesen Formeln gibt es vier, respektive drei asymmetrische Kohlenstoffatome. Im Zusammenhange mit diesen asymmetrischen Kohlenstoffatomen steht auch das optische Drehungsvermögen der Kohlenhydrate.

Die *eigentlichen Zuckerarten* oder *Disaccharide* $C_{12}H_{22}O_{11}$ werden als Kondensationsprodukte der Glykosen aufgefaſst, in welche sie durch Wasseraufnahme bei der „Inversion", dem Kochen mit verdünnten Säuren, leicht zerfallen. Es entstehen hierbei stets zwei Glykosen, welche entweder miteinander identisch oder voneinander verschieden sind.

Saccharose $C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O = C_6H_{12}O_6$ (Glykose) $+ C_6H_{12}O_6$ (Lävulose),
Milchzucker $C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O = C_6H_{12}O_6$ (Glykose) $+ C_6H_{12}O_6$ (Galaktose),
Maltose $C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O = 2\,C_6H_{12}O_6$ (Glykose).

Das Umgekehrte dieser Reaktionen, das vollständige Wiederaufbauen, ist noch nicht gelungen. Da der Rohrzucker alkalische Kupferlösung nicht reduziert und auch nicht gegen Phenylhydrazin reagiert, so muss man annehmen, daſs in ihm die Aldehyd- und Ketongruppe seiner Komponenten verändert sein muſs. Im Milchzucker und in der Maltose dagegen sind dieselben noch teilweise erhalten, da diese Zucker mit den beiden Reagentien reagieren.

In den Trisacchariden finden wir drei Glykosen kondensiert, wie denn die Raffinose oder Melitriose $C_{18}H_{32}O_{16} + 5\,H_2O$ in Glykose, Lävulose und Galaktose zerfällt. Dasselbe ist bei der Stachyose der Fall

Die unter dem Namen Polysaccharide zusammengefaſsten Kohlenhydrate, wie die Stärke, Dextrine, Glykogen, Gummi und Zellulose, sind komplizierte Kondensationsprodukte der Glykosen, in welche sie nur schwierig bei lange fortgesetztem Kochen mit verdünnten Säuren zerfallen. Sie lassen sich aber auch durch Eiweiſskörper wie Diastase, Emulsin etc. spalten, wie z. B. die Stärke durch letztere unter Wasseraufnahme in Maltose und Dextrin zerlegt wird.

$$C_{36}H_{60}O_{30} + 2\,H_2O = 2\,C_{12}H_{22}O_{11} \text{ (Maltose)} + C_{12}H_{20}O_{10} \text{ (Dextrin).}$$

Da die Polysaccharide zu den schwer kristallisierenden Körpern gehören, so ist die Untersuchung derselben mit Schwierigkeiten verknüpft; sie diffundieren kaum durch Membrane, können jedoch, wenn sie wasserlöslich sind, durch Salze oder Alkohol ausgefällt werden.

Für den Zweck der vorliegenden Arbeit sind von besonderer Wichtigkeit:

die Glykose oder der Traubenzucker,
die Lävulose oder der Fruchtzucker,
die Saccharose oder der Rohrzucker,
die Maltose oder der Malzzucker,
die Raffinose, der sogenannte Pluszucker, oder die Melitriose.

Die wichtigsten Eigenschaften dieser Kohlenhydrate in physikalischer und chemischer Beziehung, ihre Identifizierung und quantitative Bestimmung sollen in den folgenden Zeilen besprochen werden. Zum genaueren Studium jedoch wird auf Prof. Dr. E. O. v. Lippmanns Chemie der Zuckerarten[1]) verwiesen.

---

[1]) Braunschweig 1895.

Glykose oder Traubenzucker.

Die *Glykose* ist in einer rechts- (*d*-), einer links- (*l*-) und einer inaktiven (*i*-) Form bekannt.

d-Glykose oder *Rechts-Traubenzucker (Dextrose, Stärkezucker, Krümelzucker),* $C_6H_{12}O_6$ oder $COH[CH(OH)]_4CH_2OH$, ist im Pflanzenreiche sehr verbreitet, besonders in süfsen Früchten, wird aber fast immer von einer entsprechenden Menge *Lävulose (Fruchtzucker)* begleitet. Nicht selten ist auch noch *Rohrzucker* oder eine andere Zuckerart zu gleicher Zeit mit vorhanden. Im tierischen Körper ist ebenfalls Glykose nachgewiesen, sie findet sich in der Leber, dem Chylus, dem Blut etc. Bei krankhaften Zuständen, wie bei der Harnruhr (Diabetes mellitus), tritt sie sehr stark, zuweilen bis 10 Prozent auf.

Die Glykose entsteht durch hydrolytische Spaltung aus Rohrzucker, Stärke, Zellulose, ferner aus vielen *Glykosiden*. Die synthetische Darstellung gelang E. Fischer.[1])

Die technische Fabrikation der Glykose geschieht durch mehrstündiges Kochen von Stärke mit verdünnter Schwefelsäure oder unter Druck; man neutralisiert darauf mit Kalziumkarbonat, entfernt den Gips durch Filtration, entfärbt mit Knochenkohle und dickt im Vakuum ein. Der hierbei erhaltene Stärkezucker enthält stets noch andere nicht vergärbare stark rechtsdrehende Produkte. Durch Umkristallisation aus Alkohol wird die Glykose mit einem Molekül Wasser rein erhalten.

Um schnell reine Glykose zu gewinnen, trägt man in ein Gemisch von 600 ccm 80 prozentigem Alkohol und 20 ccm rauchender Salzsäure nach und nach 300 g fein gepulverten Rohrzucker ein, wobei man die Temperatur auf 25^0 C. hält. Die Glykose kristallisiert dann allmählich aus und wird nach dem Absaugen durch Umkristallisieren gereinigt.

Ähnlich wie die Mineralsäuren wirken einige Fermente, wie *Pankreatin, Pepsin, Ptyalin*, auf die Stärke ein.

Die Glykose tritt in zwei Formen auf, als *Hydrat* $C_6H_{12}O_6 + H_2O$ und als *Anhydrid* $C_6H_{12}O_6$.

---

[1]) Berichte 23, 801.

Das *Hydrat* ist an der Luft beständig, bildet blumenkohlartige Warzen oder, aus Alkohol kristallisiert, glänzende sechsseitige Tafeln. Nach Soxhlet[1]) entstehen unter besonderen Vorsichtsmafsregeln grofse, durchsichtige, säulenförmige Kristalle. Der Schmelzpunkt wird verschieden angegeben. Nach Schmidt[2]) und Lippmann[3]) liegt er bei 86°, nach Hermann und Tollens[4]) bei 90°. Es hängt dies wesentlich von der Art und Weise des Erhitzens ab; je langsamer man erwärmt, desto allmählicher geht die Entwässerung vor sich. Die Glykose schmeckt süfs, etwas mehlig, aber nur ungefähr halb so süfs wie Rohrzucker.

Die *spezifische Drehung* des *Hydrates* ist nach Tollens[5]) von der Konzentration abhängig, und steigt erstere bei zunehmender Dichte der Lösungen. Sind p die Gewichtsmengen Glykose, so berechnet sich die spezifische Drehung nach der Formel

$$\alpha_D = 47{,}73 + 0{,}015\,534\,p + 0{,}000\,3883\,p^2.$$

Bei einer Konzentration von $p = 10$ ist $\alpha_D = +47{,}92^\circ$.

Das *spezifische Gewicht* des *Hydrates* ist 1,5714.

Absoluter Alkohol löst die Glykose nur äufserst wenig. Dagegen steigt die Löslichkeit mit zunehmender Verdünnung und Temperatur. Auch Methylalkohol und Glyzerin lösen Glykose. Durch Äther wird dieselbe aus ihren Lösungen gefällt.

Das *Anhydrid*, aus einer siedend heifsen, gesättigten alkoholischen Lösung kristallisiert, bildet harte, zerbrechliche, nicht hygroskopische, sehr feine Nadeln; Dubrunfaut,[6]) Fischer.[7]) Soxhlet[8]) erhielt das Anhydrid in dicken, harten, vollkommen durchsichtigen Krusten, die aus tafelförmigen, spiegelnden Kristallen bestehen. Die Kristalle, dem rhombischen System angehörend, sind hemiëdrisch und zeigen das Axenverhältnis $a : b : c = 0{,}704 : 1 : 0{,}335$; Becke.[9]) Der Schmelzpunkt liegt bei 146 bis 147°.

Die *spezifische Drehung* des *Anhydrides* berechnet sich nach der Formel

$$\alpha_D = 52{,}50 + 0{,}018\,796\,p + 0{,}000\,5168\,p^2.$$

Bei einer Konzentration von $p = 10$ ist $\alpha_D = +52{,}74^\circ$ (Tollens ebenda). Temperaturschwankungen von 0 bis 100° C. sind auf das Drehungsvermögen ohne Einflufs.

---

1) N. Z. 8, 166.
2) A. 119, 92.
3) Berichte 12, 1648.
4) Zeitschrift 35, 483.
5) Berichte 9, 1531, und Berichte 17, 1758 u. 2234.
6) Compt. rend. 23, 42.
7) Berichte 23, 799.
8) Zeitschrift 33, 340.
9) Kryst. 20, 297.

Das *spezifische Gewicht* des *Anhydrides* ist 1,5384. Das spezifische Gewicht reiner wässeriger Anhydridlösungen ist nach Salomon[1]) bei 17,5° C., bezogen auf Wasser von 17,5°:

1 % = 1,00375	20 % = 1,0762	40 % = 1,1494
5 „ = 1,0192	25 „ = 1,0946	45 „ = 1,1680
10 „ = 1,0381	30 „ = 1,1130	50 „ = 1,1863
15 „ = 1,0571	35 „ = 1,1310	55 „ = 1,2040.

Wässerige Lösungen zeigen die Erscheinung der „*Birotation*". Im Jahre 1846 hatte Dubrunfaut[2]) beobachtet, daſs die Drehung einer bei normaler Temperatur bereiteten wässerigen Glykoselösung sich beim Aufbewahren bis zu einem gewissen Grade vermindert. Pasteur[3]) machte 1850 bei dem Traubenzucker-Chlornatrium dieselbe Beobachtung und stellte zugleich fest, daſs die Anfangsdrehung ungefähr die doppelte Gröſse der konstanten Enddrehung hat. Dies wurde später von Erdmann[4]) und Dubrunfaut[5]) bestätigt. Man nannte diese Erscheinung „*Birotation*". Da das Verhältnis der Anfangs- zur Enddrehung bei vielen Birotation zeigenden Körpern nicht immer 2 : 1 ist, so bezeichnet man jetzt den Vorgang als

Multirotation.

Über die *Ursache der Multirotation* gehen die Ansichten zur Zeit noch auseinander.

Es ist möglich, daſs die Drehungsänderung darauf beruht, daſs in den frisch bereiteten multirotierenden Lösungen *Molekülaggregate* (Kristallmoleküle) von aktivem Bau enthalten sind, und daſs diese allmählich in einfachere, niedriger drehende Moleküle übergehen.

Bei der Glykose zeigen sowohl das Hydrat wie auch das Anhydrid nach der Lösung Birotation, und es soll hier eine Wasserabspaltung oder auch eine Wasseraufnahme der Grund derselben sein. Dies wurde schon früher von Erdmann[6]) und Béchamp[7]) ausgesprochen, kam aber wieder in Vergessenheit. E. Fischer[8]) griff auf diese Annahme zurück und vermutete, daſs sich das Anhydrid zunächst als $C_6H_{12}O_6$ mit hoher Drehung löst und allmählich in das Hydrat oder den siebenwertigen Alkohol $C_6H_{14}O_7$ mit niedriger Drehung übergeht. Für diese Annahme spricht nach

1) Berichte 14, 2711.
2) Compt. rend. 23, 42.
3) Annal. chim. phys. (3) 31, 95.
4) Jahresber. 1855, 671.
5) Compt. rend. 42, 228.
6) Jahresber. 1855, 672.
7) Jahresber. 1856, 639.
8) Berichte 23, 2626.

Jakobi[1]) die Tatsache, dafs in birotierenden Glykoseanhydridlösungen die Bildung des Phenylosazones schneller vor sich geht, als in den Lösungen, welche ihre niedrigste Drehung angenommen haben. Stolle[2]) untersuchte das *Brechungsvermögen* und das Verhalten des spezifischen Gewichtes multirotierender Zuckerlösungen und kam zu der Überzeugung, dafs derartige Lösungen 24 Stunden nach dem Auflösen eine deutliche Zunahme beider Faktoren erkennen lassen. Dies scheint auch zugunsten der *Hydrattheorie* zu sprechen.

Eine andere Annahme ist, dafs das Multirotationsvermögen *verschiedenen isomeren Modifikationen* angehört, welche sich in wässeriger Lösung ineinander umwandeln.

Schon 1856 sprachen Erdmann,[3]) Dubrunfaut[4]) und Béchamp[5]) die Vermutung aus, dafs einige der Modifikationen kristallisiert, andere wieder amorph auftreten. Tanret[6]) gelang es, bei mehreren Zuckerarten beide oder alle drei ungleich drehende Formen kristallisiert zu erhalten, welche das gleiche Molekulargewicht zeigen und ineinander überführbar sind. Es ist also nur noch die Frage der Konstitution solcher Isomeren zu lösen. Vant Hoff[7]) machte zuerst darauf aufmerksam, dafs ein Anhaltspunkt hierfür in der Analogie zwischen den Zuckern und den *laktonbildenden Säuren,* wie *Glykonsäure, Arabonsäure, Zuckersäure* etc., liegen kann. Bei den letzteren beruht die nach dem Lösen in Wasser eintretende Drehungszunahme auf dem Übergange in die *Laktone,* welche Körper eine ringförmige Konstitution besitzen.[8])

Es wurde gleichzeitig von E. v. Lippmann,[9]) sowie von Lobry de Bruyn und Alberda van Ekenstein[10]) bezüglich der drei ungleich drehenden *d*-Glykosen bemerkt, dafs bei Annahme der *äthylenoxydartigen Konstitution* derselben zwei stereoisomere Formen denkbar sind und dafs drittens die Aldehydstruktur auftreten kann.

Wenn auch der Nachweis über die Konstitutionsfrage der *d*-Glykoseformen noch vielen Schwierigkeiten begegnen wird, so kann man nach Landolt (ebenda) so viel als feststehend betrachten, dafs die Multirotation der Zuckerarten auf der Umwandlung verschiedener isomerer Modifikationen beruht.

---

[1]) Annalen 272, 179.
[2]) Zeitschrift d. Vereins 1901, 335.
[3]) Jahresber. 1855, 672; 1856, 639.
[4]) Compt. rend. 42, 739.
[5]) Compt. rend. 42, 896.
[6]) Bull. soc. chim. (3) 13, 625.
[7]) Lagerung der Atome im Raum, 1894, 111.
[8]) Landolt, Optisches Drehungsvermögen, 2. Aufl., 245.
[9]) Berichte 29, 203.
[10]) Berichte 28. 3081.

Wird die Glykose über ihren Schmelzpunkt erhitzt, so zersetzt sie sich unter Bräunung. Bei 170° C. tritt Wasserabspaltung ein und die gefärbte Masse enthält *Glykosan* $C_6H_{10}O_5$ (Gélis).[1]) Glykosan hat keinen süfsen Geschmack, ist zerfliefslich, rechtsdrehend, vergärt nicht und geht beim Kochen mit Wasser und verdünnten Säuren wieder in Glykose über. Beim Erwärmen bis auf 200° tritt unter Aufschäumen völlige Zersetzung ein. Es entstehen *Ameisensäure, Essigsäure, Aldehyd, Aceton, Methylfurfurol, Furfuran, Furfurol, Kohlensäure, Kohlenoxyd* und *Methan.*

Traubenzucker wird, wenn in trockenem Zustande mit Chlor behandelt, in der Kälte langsam, bei 120° dagegen rasch und unter heftiger Reaktion in eine braune, in Wasser leicht lösliche Masse verwandelt, welche *Karamelin* enthalten soll. Brom wirkt ähnlich, dagegen reagiert Jod selbst unter starkem Druck nicht.

Chlor und *Brom* oxydieren Glykose in wässeriger Lösung zu *Glykonsäure* $C_6H_{12}O_7$, $CH_2(OH)[CH(OH)]_4COOH$. *Salpetersäure* oxydiert zu *Oxalsäure, Rechtsweinsäure* (Kiliani)[2]) und hauptsächlich zu *Rechtszuckersäure.*

Glykoselösungen mit *Kali* oder *Natronlauge* erhitzt, bräunen sich schon bei 60—70° C. und es tritt bei längerem Kochen völliger Zerfall ein. Bei der Einwirkung verdünnter Lösungen von Glykose und Alkalien aufeinander verschwindet in der Kälte die alkalische Reaktion langsam, die Flüssigkeit wirkt schon bei gewöhnlicher Temperatur reduzierend und es entstehen zwei Säuren, die dreibasische *Glyzinsäure* und die *Saccharumsäure.* Erwärmt man Traubenzucker mit dem zehnfachen Gewicht Wasser und dem doppelten an Ätzkali 24 Stunden lang auf 35 bis 40°, so geht er zur Hälfte in *Milchsäure* über.[3]) Sehr schnell verläuft die Reaktion im Sonnenlichte und es entstehen hierbei bis 60 Prozent der Glykose an *Rechtsmilchsäure,* ferner ziemlich viel *Essigsäure, Ameisensäure* und *Kohlensäure,* aber kein Alkohol.[4])

Kalkhydrat löst sich in verdünnten Glykoselösungen leicht auf, die Alkalität verschwindet langsam, ebenso nimmt die Drehung ab, es tritt Braunfärbung ein und ein basisches Kalksalz fällt aus. Dagegen bleiben das neutrale Kalksalz, milchsaurer und melassinsaurer Kalk, sowie vermutlich noch andere Kalksalze in Lösung. In den Mutterlaugen der Glyzinsäure findet sich das *Saccharin* $C_6H_{10}O_5$,[5]) welches Kiliani als Lakton der *Saccharinsäure* oder *Glykosaccharinsäure* erkannte. Dieser kommt die Formel zu:

[1]) Compt. rend. 51, 331.

[2]) Annalen 206, 175.

[3]) Nencki und Sieber, I. pr. II. 24, 298; 26, 1.

[4]) Duclaux Centr. 94, 169.

[5]) Péligot, Compt. rend. 89, 918, und 90, 1141.

$$CH_2OH . CHOH . CHOH . C{<}^{CH_3}_{OH} . COOH.$$

Glykose vereinigt sich mit einem Molekül *Phenylhydrazin* zu *Glykose-Phenylhydrazin,* mit zwei Molekülen Phenylhydrazin zu *Glykose-Phenylosazon.* Nach Fischer[1]) besteht die Einwirkung des Phenylhydrazins auf Glykose in einer Oxydation der der Aldehydgruppe benachbarten $CH(OH)$-Gruppe zu CO, und nun kondensiert sich diese neugebildete CO-Gruppe mit einem weiteren Phenylhydrazinmolekül, während der austretende H_2 ein Molekül $C_6H_5 . N_2H_3$ zu *Anilin* $C_6H_5 . NH_2$ und *Ammoniak* NH_3 reduziert. Bei der Osazonbildung geht also der Komplex

$$\begin{array}{lcl} .\,CH(OH) & & .\,C:N_2H\,.\,C_6H_5 \\ .. & \text{in} & \\ .\,CO & & .\,C:N_2H\,.\,C_6H_5 \end{array}$$

über.

Da sich die Formeln des Traubenzuckers und Fruchtzuckers nur durch die Stellung der Karbonylgruppe unterscheiden, so erklärt sich hierdurch sofort, dafs die beiden Hexosen *ein und dasselbe* Osazon

$$\begin{array}{r} CH_2OH[CH(OH)]_3 . C:N_2H . C_6H_5 \\ . \\ HC:N_2H . C_6H_5 \end{array}$$

liefern. Auch die *d*-Mannose gibt gleichfalls dasselbe Osazon, weil bei der Bildung desselben das von der Konfiguration der *d*-Glykose abweichende asymmetrische Kohlenstoffatom seine Asymmetrie verliert.

Azetylester der Glykose. Durch Einwirkung von Essigsäureanhydrid werden in den Kohlenhydraten sämtliche *Hydroxylgruppen* nacheinander durch Essigsäure ersetzt. Auf diese Weise lassen sich die Azetylester der Glykose darstellen. Der Pentazetylester $C_6H_7(C_2H_3O)_5 . O_6$ bildet feine weifse Nadeln vom Schmelzpunkt 112°, ist wenig in Wasser und Alkohol, leicht in Äther und Benzol löslich.

Die Glykose verbindet sich mit *Basen,* namentlich mit *Ca, Ba, Pb* zu Körpern wie $C_6H_{12}O_6CaO$ (durch Fällen einer Lösung von Ätzkalk in Glykoselösung mit Alkohol). *Kaliumglykosat* $C_6H_{11}KO_6$ und Natriumglykosat $C_6H_{11}NaO_6$ fallen beim Mischen alkoholischer Lösungen der Glykose mit dem Alkali als leicht zersetzliche Pulver aus. Glykose-Chlornatrium $(C_6H_{12}O_6)_2NaCl + H_2O$ bildet grofse Kristalle.

Aus *ammoniakalischer Silberlösung* scheidet die Glykose *metallisches Silber* in *Spiegelform* ab, indem sich Ameisensäure und Oxalsäure bilden; aus *alkalischen Kupferoxydlösungen* wird rotes *Kupferoxydul* gefällt; aus mit Natronlauge versetzter *Cyanquecksilberlösung* reduziert ein Teil wasserfreie Glykose vier Teile Cyanquecksilber zu

[1]) Annalen 239. 248.

metallischem Quecksilber. Reduziert werden auch andere Substanzen, so Ferricyankalium, Indigo, Orthonitrophenylpropiolsäure, Alizarinblau, wenn man sie in alkalischer Lösung mit Glykose erwärmt. *Pikrinsäure* gibt *Pikraminsäure* unter Rotfärbung. Direkt bestimmen läfst sich eine Glykoselösung mit *Fehlingscher Lösung.*

Durch *Reduktion* vermittelst *Natriumamalgam* geht Glykose hauptsächlich in *d-Sorbit* über.

Bei der Gärung liefert die Glykose unter Beobachtung gewisser Vorsichtsmafsregeln 46—50 Prozent Kohlensäure; man kann die Glykose auf die Art bestimmen, dass man eine abgemessene Lösung mit Hefe und Nährlösung versetzt, bei 20—30° C. einige Tage stehen läfst und die gebildeten Mengen von Alkohol und Kohlendioxyd feststellt.

Wesen der Gärung.

Die *Spaltung der Kohlenhydrate* bis zur Kohlensäure und zum Wasser erfolgt nicht nur beim Kochen mit verdünnten Säuren, sondern auch bei niedrigen Temperaturen unter dem Einflusse der *Enzyme* oder *ungeformten Fermente.* Dies sind eiweifsartige Körper von noch nicht genau bekannter Zusammensetzung, wie das *Emulsin*, welches in den Mandeln enthalten ist, die *Diastase* des Malzes, die sich beim Keimen des Getreides bildet, das *Ptyalin* des Speichels, ferner das *Pepsin* des Magensaftes und das *Invertin,* ein eigentümliches hydrolisierendes Ferment, das aus dem Hefepilz gewonnen wird, sowie die in neuerer Zeit aus der Hefe abgeschiedene *Zymase*, die den Traubenzucker in *Alkohol* und *Kohlendioxyd* spaltet. Alle diese *Fermente* sind in Wasser löslich. Aus den Lösungen werden sie mit Alkohol niedergeschlagen. Die Elementarzusammensetzung dieser amorphen Fällungen gleicht sehr derjenigen der *Eiweifsstoffe* und *Peptone;* es ist jedoch noch ungewifs, ob dieselben chemische Individuen sind, oder ob der wirksame Bestandteil nur ein Teil des untersuchten Niederschlages ist.

Die Einwirkung der Fermente auf Kohlenhydrate — oder andere Substanzen — erfolgt nur bei Gegenwart von Wasser. Der Rohrzucker zerfällt in *d*-Glykose und *d*-Fruktose; die Stärke wird in Maltose und Dextrin gespalten. Es findet hier zweifellos eine Wasseraufnahme statt; dies ist aber vielleicht auch da vorübergehend der Fall, wo die Endgleichung, die nur Ausgangsmaterial und Endprodukte angibt, es nicht ausdrücklich — wie bei der alkoholischen Gärung, der Milch- und Buttersäuregärung — fordert. Die Nahrungsstoffe werden durch das *Pankreasferment* zur Resorption vorbereitet; das Stärkemehl spaltet sich unter Wasseraufnahme in lösliche Kohlenhydrate, die *Fette* in *Fettsäuren* und *Glyzerin.*

Der *Mechanismus der Fermentwirkung* ist vorläufig noch nicht bekannt. Es geht stets die Umsetzung eines labileren Atomkomplexes in ein oder mehrere stabilere Systeme vor sich und es wird Wärme frei.

Enger begrenzt ist der Begriff der *organisierten Fermente.* Dies sind niedere, chlorophyllfreie, lebende Organismen — Pilze und Bakterien —, welche nach neueren Untersuchungen die Gärungserscheinungen dadurch veranlassen, *dafs in ihnen die spaltenden Enzyme vorhanden sind.* Man unterscheidet *Sprofspilze,* die sich durch Knospung fortpflanzen, wie die *Hefepilze,* ferner *Spaltpilze* oder *Schyzomyzeten,* wie die *Milchsäure-* und *Buttersäurebakterien,* und endlich *Schimmelpilze,* welche die Verwesung bei Sauerstoffzutritt veranlassen.

Durch die Einwirkung der *Hefepilze* (Saccharomyces) erleiden die Kohlenhydrate eine in praktischer Hinsicht sehr wichtige Zersetzung. Die *Bierhefe* (Saccharomyces cerevisiae) vergärt die Bier- und Branntweinwürze; der Traubensaft wird durch die *Weinhefe* (Saccharomyces ellipsoideus) vergoren. Die *alkoholische Gärung,* welche hierdurch veranlasst wird, gibt als Hauptprodukte Alkohol und Kohlensäure. Die Glykose zerfällt zu 94 bis 95 Prozent nach der Gleichung

$$C_6H_{12}O_6 = 2\,C_2H_5OH + 2\,CO_2;$$

als Nebenprodukte entstehen in geringer Menge Fuselöl, Glyzerin und Bernsteinsäure. Nur durch etwaige Anwesenheit von Spaltpilzen kann noch Essigsäure, Milchsäure etc. gebildet werden.

Die Glykose vergärt direkt, der Rohrzucker dagegen erst nach der Inversion, welche durch das in der Hefe enthaltene *Invertin* rasch erfolgt.

Die Gärung geht in 10 bis 20 prozentigen Zuckerlösungen bei Temperaturen von 5 bis 40°, am besten bei 30 bis 35° C. vor sich. Es ist zur Einleitung derselben Sauerstoffzutritt erforderlich; sie verläuft dann aber auch, wenngleich langsamer, bei Luftabschlufs. Den Stickstoff, welcher für den Lebensprozefs der Hefe unentbehrlich ist, nimmt sie aus Peptonen und Amidoverbindungen. Notwendig für das Gedeihen sind ferner Phosphorsäure, Schwefelsäure, Kali und Magnesia.

Cagniard Latour, sowie Th. Schwann stellten 1836 fest, dafs die Gärungs- und Fäulniserscheinungen eine Folge der Lebenstätigkeit von Mikroorganismen sind. Pasteur wies 1857 nach, dass für *spezielle Gärungen* auch *spezielle Pilzspezies* erforderlich sind. Während bei der Weinbereitung die auf den Trauben lebende Hefe den Saft in Selbstgärung versetzt, wird in der Bierbrauerei und der Branntweinbrennerei schon seit langer Zeit die Gärung durch Einwurf spezieller Hefesorten bewirkt.

Robert Koch lehrte die Trennung der Arten der Mikroorganismen durch Plattenkulturen.

Die Charakterisierung der Zucker durch die Vergärbarkeit mit bestimmten Heferassen zeigte E. Fischer. Für diese letztern ist das Merkmal

der Gehalt an ganz bestimmten Kohlenhydratenzymen, welche den nicht direkt vergärbaren Zucker erst invertieren. So z. B. vergärt die *Apiculatushefe* aus gekochter Bierwürze nur die Dextrose, die Hefe Saaz aufserdem noch die Maltose; die Hefe Frohberg vergärt neben den beiden ersten Zuckern auch noch das Maltodextrin.

Die *Enzyme* können teilweise erst nach dem Trocknen und Zerreifsen der Zellen gewonnen werden, teilweise diffundieren sie, wie das Invertin. E. Buchner zeigte in neuester Zeit, dafs es möglich ist, aus der Hefe einen *zellenfreien Saft* auszupressen, welcher Zucker vergärt. Mit diesem Prefssafte können Rohr-, Malz-, Trauben- und Fruchtzucker, nicht aber der Milchzucker vergoren werden.

Hieraus ergibt sich, dafs die lebenden Hefezellen zur Erregung der alkoholischen Gärung nicht erforderlich sind. Der Gärungsvorgang ist daher kein komplizierter Lebensprozefs, sondern er wird bewirkt durch eine enzymähnliche Substanz, die *Zymase,* welche in der Natur nur in den lebenden Zellen entsteht. Dieser Stoff hat bis jetzt noch nicht isoliert werden können.

Zuckerlösungen sowie auch Traubensaft vergären nicht, wenn die darin enthaltene Hefe durch Erwärmen auf mindestens 60° C. abgetötet ist. Steigt der Alkoholgehalt über 15 Prozent, so wird die weitere Gärung verhindert. Ebenso wirken Quecksilber-, Blei-, Silber- und Kupfersalze, ferner Antiseptika, wie Salizylsäure, Borsäure, Phenole, oder auch Mineralsäuren, freie Fettsäuren, Alkalien und schweflige Säure.

Die *Spaltpilze* (Schizomyzeten) sind ebenfalls von Bedeutung für die Chemie der Kohlenhydrate. Sie bewirken die *Fäulnis* der organischen Substanzen. Hierher gehört der *Essigpilz (Mycoderma aceti.)*. Milchsäurebakterien zerlegen die Glykosen und den Milchzucker in Milchsäure $C_6H_{12}O_6 = 2\,C_3H_6O_3$, welche dann weiter durch den *Buttersäurepilz* in normal Buttersäure, Kohlendioxyd und Wasserstoff zerfällt:

$$2\,C_3H_6O_3 = C_4H_8O_2 + 2\,CO_2 + H_2.$$

Durch die Schimmelpilze, z. B. Penicillum glaucum, erfolgt völlige Oxydation der Kohlenstoffverbindungen zu Kohlendioxyd, Wasser und Ammoniak resp. Salpetersäure.

Lävulose oder Fruchtzucker.

Die *Lävulose* oder *Fruktose*, $C_6H_{12}O_6$ oder $CH_2(OH).CO.[CH(OH)]_3.CH_2OH$, ist das *Ketonderivat* des *Mannits* und ist ebenfalls, wie die Glykose, in einer links- (*d*-), rechts- (*l*-) und einer inaktiven (*i*-) Form bekannt.

Die Lävulose tritt in der Natur in den Pflanzen stets zusammen mit dem Traubenzucker, bisweilen auch mit dem Rohrzucker auf. Dubrunfaut[1]) wies als erster nach, dafs bei der Spaltung (Inversion) des Rohrzuckers durch verdünnte Säuren neben Glykose eine gleich grofse Menge eines *linksdrehenden* Zuckers entsteht. Es gelang ihm auch, den letzteren, die *Lävulose* oder den *Fruchtzucker*, zu isolieren. Ob nun in den Früchten die beiden Glykosen durch Inversion aus Rohrzucker entstehen, konnte noch nicht sicher festgestellt werden, da einige andere Kohlenhydrate, wie die Raffinose, Lupeose, Stachyose, ferner eine Reihe stärke- oder gummiähnlicher Körper ebenfalls bei der Hydrolyse Lävulose ergeben. Die synthetische Darstellung gelang Fischer.[2])

Die direkte Darstellung der Fruktose aus Invertzuckersirup mittelst absolutem Alkohol gelingt nach Herzfeld und Winter[3]) nicht. Am besten erfolgt ihre Trennung von der Glykose vermittelst des unlöslichen Kalksalzes des ersteren Zuckers.[4]) Man invertiert 700 g Rohrzucker in zehnprozentiger Lösung mit 14 ccm Salzsäure bei 60° C., kühlt auf — 5° ab, setzt auf je 10 g des verarbeiteten Rohrzuckers 6 g reinstes, frisches, feingesiebtes Kalkhydrat hinzu, rührt $2^1/_2$ Minuten kräftig um und filtriert sofort durch einen Kühltrichter. In der Kälte scheiden sich dann aus dem Filtrat feine seidenglänzende Kristallnadeln von Kalziumfruktosat aus, welche man mit Oxalsäure genau zerlegt und die Lösung der Fruktose vorsichtig im Vakuum verdampft.

Zweckmäfsig geht man auch zur Reindarstellung von dem *Inulin* aus, wozu Herzfeld,[5]) Hönig und Schubert,[6]) ferner Hönig und Jesser[7]) sowie auch Wohl[8]) genaue Vorschriften geben.

---

1) Annal. chim. phys. III. 21, 169; Compt. rend. 25, 308, und 42, 901.
2) Berichte 23, 386; Zeitschrift 40, 707.
3) Zeitschrift 36, 108.
4) Ebenda 37, 796.
5) Ebenda 34, 433.
6) Ebenda 37, 999.
7) Ebenda 38, 1027.
8) Berichte 23, 2208.

Die Fruktose kristallisiert als *Hydrat* mit der Formel $(C_6H_{12}O_6)_2 + H_2O$ in langen weifsen Nadeln. Das Anhydrid $C_6H_{12}O_6$ scheidet sich aus alkoholischer, methylalkoholischer und alkoholisch-ätherischer Lösung oder auch unter Umständen aus seiner wässerigen Lösung in kugeligen Gruppen oder als ein Kristallbrei farbloser, feiner, seidenglänzender, bis 10 cm langer Nadeln ab. Der Schmelzpunkt liegt bei 95°. Der Fruchtzucker kann auch in schönen durchsichtigen Prismen erhalten werden, welche bei 17,5° das spezifische Gewicht 1,6691 haben. Die Kristalle gehören dem rhombischen Systeme an, zeigen das Axenverhältnis $a:b:c = 0,8001:1:3,9067$ und neigen zur Zwillingsbildung.

Die Lävulose ist in Wasser, Alkohol und Glyzerin schon in der Kälte sehr leicht löslich. In absolutem kaltem Alkohol ist die Löslichkeit eine sehr geringe. Abweichend von fast allen anderen Zuckerarten ist die Fruktose in Alkohol-Äthermischung ganz erheblich löslich.

Das *spezifische Gewicht* reiner wässeriger Lösungen ist für:

6 % = 1,02150	20 % = 1,08253
10 „ = 1,03870	25 „ = 1,10488.
15 „ = 1,06053	

Lösungen der Lävulose drehen die Polarisationsebene nach *links*.

Das *Drehungsvermögen* der Fruktose ist in hohem Grade von der Temperatur abhängig. Es sind sehr zahlreiche Bestimmungen der spezifischen Rotation des Fruchtzuckers ausgeführt worden, welche von $\alpha_D = -136,4°$ bis $-80,7°$ schwanken. Es ist dies ein Beweis dafür, mit welchen Schwierigkeiten oft die Bestimmung einer einfachen Konstante verbunden ist. Nach Zechini[1]) ist die Zu- resp. Abnahme der Rotation mit sinkender bezw. steigender Temperatur zwischen $t = 0$ bis $t = 31°$ für je 1° C. $\pm 0,70$. Die von Hönig und Jesser[2]) ermittelte Zahl ist $\pm 0,681°$. Ebenso ist die Konzentration von Einflufs, für welche Hönig und Jesser[3]) die Formel $\alpha \frac{20}{D} = -113,9635 + 0,25831\,(100 - p)$ ermittelten, woraus für $p = 100$, also für trockenes Anhydrid $\alpha_D = -113,96°$ folgt.

Auch die Lösungen des Fruchtzuckers zeigen Birotation. Wirken Säuren längere Zeit auf Fruktoselösungen ein, so verändert sich damit auch die Rotation letzterer. Aus diesem Grunde wird das Drehungsvermögen der Fruktose, aus Invertzucker berechnet, verschieden gefunden. Alkohol vermindert die Linksdrehung, ebenso wirkt Kalk. Eine Lösung, die anfangs $\alpha_j = -106°$ zeigte, ergab nach Zusatz von 0,64 g Ätzkalk nur $-63°$.

---

1) Zentralbl. 87, 204.

2) Monatshefte f. Chemie 9, 562.

3) Ebenda.

Wird Lävulose über ihren Schmelzpunkt hinaus rasch auf 160—170° erhitzt, so spaltet sich Wasser ab und es bleibt ein Körper, *Lävolusan* genannt, zurück. Ebenfalls zersetzen sich Fruktoselösungen bei längerem Erwärmen. Durch *Chlor* und *Silberoxyd* wird Fruktose hauptsächlich zu *Glykolsäure*, durch *Brom* und *Silberoxyd* sowie *Bleiglätte* zu *Ameisensäure, Glykolsäure* und *Trioxybuttersäure* oxydiert. *Jod* wirkt nicht ein.

Alkalien bewirken schon in der Kälte eine langsame, beim Erwärmen schnell tiefergreifende Zersetzung, wobei viel *Saccharin* und *Milchsäure* entstehen. Ebenso wirken die Karbonate der Alkalien.

Mit *naszierendem Wasserstoff* geht die Fruktose in ein Gemisch von *d-Mannit* und *d-Sorbit* über, indem die Entstehung eines asymmetrischen Kohlenstoffatomes zwei stereoisomere, miteinander nicht kombinierbare Produkte liefert.

Mit *Phenylhydrazin* entsteht *Glykosazon* (Seite 9).

Bei anhaltendem Kochen wässeriger Lävuloselösungen mit verdünnten Säuren bildet sich unter anderem auch *Lävulinsäure:*

$$C_6H_8O_5 \text{ oder } CH_3 . CO . CH_2 . CH_2 . COOH.$$

Sie ist das charakteristische Abbauprodukt fast aller echter Zuckerarten.

Gegen alkalische Kupferoxydlösungen verhält sich die Lävulose wie die Glykose, ihre reduzierende Kraft ist aber etwas geringer als die der letzteren.

Die Fruktose ist derselben Gärungen fähig, wie die Glykose.

Der Invertzucker.

Der *Invertzucker* besteht aus einem Gemenge gleicher Teile *d*-Glykose und *d*-Fruktose, wie es aus dem Rohrzucker durch Einwirkung verdünnter Säuren, Fermente und Enzyme erhalten wird. Diese Entstehung des Invertzuckers entdeckte Dubrunfaut im Jahre 1830, welcher auch zu gleicher Zeit die Zusammensetzung desselben erkannte.

In der Natur ist der Invertzucker aufserordentlich verbreitet, er bildet den Hauptbestandteil des Honigs, ferner findet er sich in fast allen süfsen Früchten.

Zur *Darstellung* des *Invertzuckers* benutzt man ausschliefslich den Rohrzucker, welcher in seiner wässerigen Lösung, mit einer Säure erwärmt, mehr oder weniger schnell durch Wasseraufnahme in seine Komponenten zerfällt:

$$C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O = C_6H_{12}O_6 + C_6H_{12}O_6.$$

In der Nähe von 0° C. veranlassen verdünnte wie konzentrierte Säuren keine Reaktion, mit zunehmender Temperatur aber tritt das Inversionsvermögen derselben ziemlich stark innerhalb enger Grenzen hervor. Eine jede Säure wirkt ihrer Affinität entsprechend schneller oder langsamer invertierend auf den Rohrzucker ein.

Die Inversionsgeschwindigkeit durch gleiche Säuremengen, für verschiedene Zuckermengen in der Volumeinheit, ist die nämliche, d. h. sie ist unabhängig von der Menge des Zuckers; bei gleichbleibendem Verhältnisse von Wasser zu Säure oder bei konstanter Konzentration der Säure wird also die Inversionskonstante für die betreffende Säure durch die Gröfse der Zuckermenge nicht beeinflufst, *es können daher auch die konzentriertesten Zuckerlösungen durch relativ geringe Säuremengen vollständig invertiert werden.*

Wilhelmi[1]) war der erste, welcher erkannte, dafs die Geschwindigkeit der Inversion des Rohrzuckers durch eine gegebene Menge Säure in jedem Momente der noch vorhandenen Menge unveränderten Zuckers proportional ist. Auf diese Arbeit Wilhelmi's kam Ostwald[2]) zurück, doch kann an dieser Stelle nur auf die Originalarbeiten oder auf Lippmann's „*Chemie der Zuckerarten*" verwiesen werden.

Löst man gleiche Teile Traubenzucker und Fruchtzucker in Wasser, so erhält man nach Lippmann[3]) einen Sirup, welcher alle Eigenschaften eines reinen Invertzuckersirups zeigt.

---

[1]) Poggendorffs Annalen I. 81, 413.

[2]) Journal f. pr. Chemie II. 29, 391.

[3]) Berichte 14, 1511; Zeitschrift 31, 669.



Der *reine Invertzucker* bildet einen farblosen Sirup, der angenehmer als Rohrzucker schmeckt. Im Dunkeln aufbewahrt erhält er sich ziemlich lange, ohne Zersetzungen zu erleiden, im Lichte jedoch beginnt Glykose auszukristallisieren.

Der Invertzucker, welcher die Molekulargrösse $2(C_6H_{12}O_6)$ besitzt, ist leicht löslich in Wasser und verdünntem Alkohol, nicht aber in Äther. Das spezifische Gewicht seiner Lösung läfst sich nach Herzfeld[1]) nach folgender allgemeinen Gleichung berechnen:

$$d = 1 + 0{,}0036299\,p + 0{,}000030187\,p^2 - 0{,}00000031208\,p^3.$$

Nach Chancel[2]) zeigen Lösungen von 5 bis 25 Prozent Invertzucker nachstehende spezifische Gewichte:

5 %	= 1,0210	20 %	= 1,0856
10 „	= 1,0425	25 „	= 1,1086.
15 „	= 1,0640		

Für das *spezifische Drehungsvermögen* des Invertzuckers sind viele verschiedene Werte gefunden worden. Es erklärt sich dies ja auch leicht auf Grund der bei der Lävulose (siehe S. 14) hervorgehobenen Ursachen. Ebenso wie bei letzterer ist das Drehungsvermögen des ersteren in hohem Grade sowohl von der Konzentration, als auch von der Temperatur abhängig. Lippmann[3]) fand für $c = 17{,}21$ (entsprechend 16,38 g Rohrzucker):

bei °C.	0	10	20	30	40	50	60	70	80
α_D	−27,9	−24,5	−21,4	−18,0	−15,2	−12,0	−8,5	−5,8	−2,0.

Nach den Untersuchungen von Gubbe[4]) ist der Einflufs der *Temperatur* vom Wassergehalte der Lösung unabhängig; die spezifische Drehung des wasserfreien Invertzuckers beträgt also zwischen $t = 0$ bis 30°

$$\alpha\frac{t}{D} = -23{,}305 + 0{,}30406\,(t-20) + 0{,}001654\,(t-20)^2.$$

Versuche mit reinen Invertzuckerlösungen ergaben für den Einflufs der Konzentration bei einem Wassergehalt von $q = 32$ bis 91:

$$\alpha\frac{20}{D} = -23{,}305 + 0{,}01612\,q + 0{,}00022391\,q^2.$$

Nach Hammerschmidt[5]) berechnet sich für $c = 1$ bis 14 und $t = 20°$:

$$\alpha\frac{20}{D} = -20{,}07 - 0{,}041\,c.$$

Durch Salzsäure tritt eine Erhöhung des Drehungsvermögens ein; so zeigte eine nach Soxhlet's Vorschrift invertierte Zuckerlösung statt

---

1) Zeitschrift 37, 912.
2) Compt. rend. 74, 379.
3) Berichte 13, 1823.
4) Zeitschrift 34, 1345.
5) Ebenda 41, 157.

$\alpha\frac{20}{D} = -19{,}20^0$ $\alpha\frac{20}{D} = -19{,}25$ bis $-19{,}50^0$; eine nach Herzfeld's Angabe hergestellte anstatt $\alpha\frac{20}{D} = -20{,}28$ $\alpha\frac{20}{D} = -20{,}63$ bis $-20{,}76^0$. *Neutralsalze* erhöhen in schwach saurer Lösung die Drehung des Invertzuckers bedeutend. Geringe Prozentsätze von Salzen, wie sie bei der optischen Analyse von Zuckerfabrikprodukten vorkommen, steigern die Drehung um mehrere Grade. Alkalischer Bleiessig in gröfserer Menge zu einer Invertzuckerlösung hinzugesetzt, verursacht den Eintritt starker Rechtsdrehung. So z. B. drehen 50 ccm einer Invertzuckerlösung mit 50 ccm Wasser — 2,3, 50 ccm derselben Lösung mit 10 ccm Wasser und 40 ccm Bleiessig vom spezifischen Gewicht 1,222 dagegen + 7,5.

Stets gleichmäfsige Drehungen einer invertierten Rohrzuckerlösung erhält man nach Herzfeld's[1]) Vorschrift. Löst man 13,024 g Zucker mit 75 ccm Wasser, setzt 5 ccm Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1,188 hinzu, bringt den Kolben in ein Wasserbad von 72 bis 73° C., wärmt ihn unter fortwährendem gleichmäfsigen Umschwenken innerhalb 2 bis 3 Minuten auf 69° C. an, erhält ihn dann 5 Minuten bei dieser Temperatur, kühlt sofort auf 20° C. ab füllt auf 100 ccm auf und polarisiert im 200 mm-Rohr, so geht die Drehung von + 100 in eine solche von — 32,66° bei 20° C. oder bei 0° von — 42,66° über. Es ist diese Arbeitsweise von den verschiedensten Seiten nachgeprüft worden und für zutreffend befunden. Wie aus dem oben Gesagten hervorgeht, verursachen auch die geringsten Abweichungen von der Herzfeld'schen Vorschrift Änderungen in den Resultaten. Clerget[2]) invertierte das sogenannte französische Normalgewicht 16,35 g zu 100 ccm und erhielt eine Drehung von — 44° bei 0° C.; polarisiert man bei t^0, so ergibt sich eine verminderte Drehung, welche $44 - \frac{t^0}{2}$, also für 1° C. 0,5° beträgt.

Kalkhydrat wirkt schon in der Kälte, *Kali* und *Natron* bei 38 bis 40° zersetzend auf den Invertzucker. Es entsteht hierbei viel *Milchsäure*. Bei anhaltendem Kochen mit verdünntem Alkali liefern Invertzuckerlösungen hauptsächlich *Glyzinsäure* und *Cannasäure*.

Durch *Hefe* wird der Invertzucker leicht vergoren, und zwar wird zuerst hauptsächlich die Glykose der Gärung unterworfen und erst nach ungefähr zur Hälfte verlaufener Gärungsdauer wird auch der Fruchtzucker angegriffen.

Der Invertzucker entspricht in seinem *Reduktionsvermögen* dem seiner Komponenten. Die sich hierauf basierenden Bestimmungsmethoden sollen erst später im Zusammenhange besprochen werden.

[1]) Zeitschrift 38, 699.

[2]) Ann. chim. phys. III, 26, 175.

Saccharose oder Rohrzucker.

Der *Rohrzucker* findet sich in sehr vielen Familien des Pflanzenreiches und zwar vorzugsweise, wenn auch nicht ausschliefslich, in den Teilen der Pflanze, welche kein Chlorophyll besitzen. Das reife Zuckerrohr enthält 14 bis 20 Prozent seines Saftgehaltes an Zucker; der Saft der reifen Zuckerhirse hat einen Zuckergehalt von 10 bis 18 Prozent. Der Weizen, Roggen und Hafer, sowie der Buchweizen und die Gerste enthalten in reifem Zustande beträchtliche Mengen desselben. Ebenso sind reife Bohnen, Erbsen, Wicken, ferner reife Hanf- und Sonnenblumensamen reich an Zucker. Sehr viele Früchte und Pflanzensäfte enthalten Zucker, doch würde eine derartige Aufzählung zu weit führen und es sei auch hier auf Lippmanns „Chemie der Zuckerarten“ Seite 588 ff. verwiesen.

In der *Runkelrübe* und ihren Abarten entdeckte Marggraf 1747 zuerst den Zucker und stellte denselben daraus rein her. In gezüchteten *Zuckerrüben* (Beta cycla) ist schon ein Zuckergehalt bis 26 Prozent beobachtet worden.

Die Verteilung des Zuckers in den zuckerhaltigen Organen der Pflanze ist keine gleichmäfsige. In der normalen Zuckerrübe nimmt der Zuckergehalt nach der Mitte hin zu; er wächst gleichmäfsig von der Hauptachse nach aufsen hin, wird in den zentralen Gefäfsbündeln am gröfsten und nimmt darauf gegen die Rindenschicht wieder ab. Aus diesem Grunde können bei ein und derselben Rübe abweichende Resultate der Zuckermenge erhalten werden.

Die *Darstellung* des Zuckers ist ausschliefslich die Sache der Technik.

Chemisch reinen Zucker erhält man, wenn man denselben aus einer gesättigten Raffinadelösung mit starkem Alkohol ausfällt, das feine Kristallmehl mit Äther ausdeckt und dann im Wassertrockenschranke trocknet.

Der Rohrzucker hat die Formel $C_{12}H_{22}O_{11}$, welche von Liebig endgültig festgestellt wurde, indem derselbe auch gleichzeitig bewies, dafs der aus dem Rohr gewonnene Zucker mit dem aus der Rübe hergestellten identisch ist.

Die *Kristalle* des Rohrzuckers gehören dem monoklinen Systeme an, sie bilden schöne, gleichmäfsig entwickelte, durchsichtige, schiefe Säulen mit wechselnden mannigfachen Abstumpfungen der Ecken und Kanten. Auch der Rohrzucker neigt gern zur Zwillungsbildung.

Gewisse *Nichtzuckerstoffe* können sehr erhebliche Veränderungen des Kristallhabitus hervorrufen. Der Einfluſs der Raffinose ist in dieser Hinsicht längst bekannt, doch ist dies absolut kein sicheres Zeichen für die Gegenwart von Raffinose, da Zucker mit 4 bis 5 Prozent Raffinose ganz normales Aussehen haben kann. Auch Überhitzungsprodukte oder ferner organische Kalksalze rufen dieselben Erscheinungen hervor.

Gut ausgebildete Kristalle zeigen lebhaften Glanz und vollkommene Durchsichtigkeit. Dieselben sind kristallwasserfrei und in trockener Luft beständig. Das Axenverhältnis ist $a : b : c = 1{,}2595 : 1 : 0{,}8782$.

Zerschlägt oder zerbricht man Zuckerkristalle, so strahlen sie, selbst wenn man unter Wasser operiert, ein bläuliches Licht aus.

Das *spezifische Gewicht des kristallisierten Zuckers* ist nach Kopp bei 15° C. = 1,5800. Nach den neuen Untersuchungen der Normaleichungskommission ist die

Dichte bezogen auf Wasser von + 4° C. = 1,5879
„ „ „ „ „ + 15° C. = 1,5892.

Der Rohrzucker löst sich leicht in Wasser, und zwar ist die Löslichkeit in hohem Grade von der Temperatur abhängig. Nach den Untersuchungen Herzfeld's[1]) lösen sich in 100 Teilen Wasser

bei ° C. . . .	5,2	19,15	28,8	49,53	59,4	99,45
Prozent Zucker .	65,17	66,65	68,31	72,23	74,33	82,76,

woraus sich nach der Methode der kleinsten Quadrate bei x° C. als allgemeine Formel für die prozentische Löslichkeit y berechnet:

$$y = 64{,}1835 + 0{,}13477\,x + 0{,}0005307\,x^2.$$

Die *spezifischen Gewichte wässeriger Lösungen* wurden u. a. ausführlich von Balling, Brix,[2]) Gerlach,[3]) Mategczek[4]) und Scheibler,[5]) ferner in allerneuester Zeit von der *Kaiserlichen Normaleichungskommission*[6]) in Berlin bestimmt.

Den jetzt allgemein benutzten Tabellen liegen bekanntlich die von Balling 1839 ermittelten Fundamentalwerte zugrunde. Der Verein für die Rübenzuckerindustrie des Deutschen Reiches lieſs später durch Vermittelung des Geheimrates Brix von Gerlach neue Werte feststellen, welche dann Scheibler in seinem Tabellenwerk „Die Gehaltsermittelung der Zuckerlösungen durch Bestimmung des spezifischen Gewichtes derselben“, Berlin 1891, als Grundzahlen benutzte. Letztere wurden aber in der Praxis nicht viel angewendet, denn die Haupttabelle war für 15° C. be-

[1]) Zeitschrift 42, 181 und 232.
[2]) Ebenda 4, 304.
[3]) Ebenda 13, 283, und 20, 706.
[4]) Ebenda 15, 586, und 24, 827.
[5]) Ebenda 27, 32.
[6]) Ebenda 39, 982 und 1079.

rechnet, während die Zuckerchemiker, sowie auch die internationalen Kongresse als Normaltemperatur 20° C. fordern. Die offizielle Relation für das spezifische Gewicht $t = \frac{20}{4}$ wurde von den Chemikerkongressen zu Wien und Paris angenommen, und es ist deshalb wünschenswert, daſs die zur Ermittlung des spezifischen Gewichtes dienenden Instrumente auch bei einer Temperatur von $\frac{20}{4}$° C. geprüft werden.

Nachstehend ein Auszug aus der Tabelle der Kaiserlichen Normaleichungskommission:

Wahre Dichte bei + 20° C.; Einheit: Dichte des Wassers bei + 4° C.

1 % = 1,002120	35 % = 1,151275	70 % = 1,347174
5 „ = 1,017854	40 „ = 1,176447	75 „ = 1,378971
10 „ = 1,038143	45 „ = 1,202540	80 „ = 1,411715
15 „ = 1,059165	50 „ = 1,229567	85 „ = 1,445388
20 „ = 1,080959	55 „ = 1,257535	90 „ = 1,479976
25 „ = 1,103557	60 „ = 1,286456	95 „ = 1,515455
30 „ = 1,126984	65 „ = 1,316334	100 „ = 1,551800.

Es werden jedoch noch jetzt in der Praxis alle gefundenen Werte auf $t = \frac{17,5}{17,5}$° C. reduziert. Wünschenswert ist es aber, daſs sobald als möglich die neuen, mit einer auſserordentlichen Gründlichkeit und Genauigkeit ermittelten Zahlen allgemein eingeführt werden, wie denn auch letzteres in den Ausführungsbestimmungen zum Zuckersteuergesetz 1903 amtlich bereits geschehen ist.

Beim Auflösen des Rohrzuckers in Wasser tritt eine *Verminderung des Volumens (Kontraktion)* ein. Über die Ursache dieser Erscheinung lassen sich zur Zeit noch keine bestimmten Erklärungen geben.

In absolutem *Alkohol* ist der Rohrzucker nur sehr wenig und auch nur bei Siedetemperatur löslich. Die Löslichkeit steigt dagegen mit zunehmender Verdünnung. Scheibler[1]) stellte hierüber nähere Untersuchungen an. In neuerer Zeit wurden diese Versuche von Schrefeld[2]) wiederholt. Die von letzterem gefundenen Werte seien in folgender Tabelle wiedergegeben.

(Tabelle siehe S. 22.)

Auch in *Methylalkohol* ist der Rohrzucker nur wenig löslich.

Beim Erkalten einer heiſs gesättigten Lösung oder beim Einengen verdünnter Lösungen kristallisiert der Zucker aus. Im Groſsbetriebe der Zuckerfabrikation werden die erhaltenen Zuckersäfte zwecks Gewinnung des kristallisierenden Zuckers eingedampft. Bei diesem Eindampfen wird stets Zucker zersetzt, und der Verlust, den man bei einer derartigen Operation erleidet, beträgt ungefähr 0,4 Prozent des Zuckers. Unterwirft

[1]) Zeitschrift 22, 246.
[2]) Ebenda 31, 970.

man ein und denselben Zucker einem mehrmaligen Wiederauflösen und Einkochen, so wandelt sich die Saccharose in dextrinartige Körper von noch nicht näher bekannter Zusammensetzung und Konstitution um, welche keine Kristallisationsfähigkeit mehr besitzen, aber reduzierend wirken. Ein gröfserer Gehalt der Rohrzuckerlösungen an anorganischen Salzen und organischen Körpern verhindert die Kristallisation des Rohrzuckers. Da in den Restsirupen (Melassen) der Zuckerfabrikation der in denselben enthaltene Rohrzucker durch die eben erwähnten Körper am Kristallisieren gehindert wird, nennt man diese Kristallisationshinderung die *„melassenbildende Kraft“*.

Tabelle, betreffend die Löslichkeit des Zuckers in Alkohol bei + 14° C.

Gewichts-Prozente Alkohol	Prozente Zucker	Menge des Zuckers in Gramm, die 100 g des Gemisches von Wasser und Alkohol lösen
0	66,20	195,8
5	64,25	179,7
10	62,20	164,5
15	60,40	152,5
20	58,55	141,2
25	56,20	128,3
30	54,05	117,8
35	51,25	105,3
40	47,75	91,3
45	43,40	76,6
50	38,55	62,7
55	32,80	48,8
60	26,70	36,4
65	19,50	24,2
70	12,25	13,9
75	7,20	7,7
80	4,05	4,2
85	2,10	2,1
90	0,95	0,09
95	0,15	0,01
absolut	0,00	0,00

Rohrzucker dreht die Ebene des polarisierten Lichtes nach rechts. Die spezifische Drehung wässeriger Lösungen desselben ist abhängig von dem Prozentgehalte p an Zucker, dem Prozentgehalte an Wasser q und von der Konzentration c an Zucker in 100 ccm Lösung. Auf Grund genauer Untersuchungen von Tollens[1]) wurden folgende Gleichungen abgeleitet, welche sich auf das spezifische Gewicht bei + 17,5°, bezogen auf Wasser von + 4° C., beziehen. Die Drehungen wurden bei + 20° C. bestimmt.

[1]) Berichte 10, 1403.

$$a \begin{cases} p = 4 \text{ bis } 18; \ \alpha_D = 66{,}810 - 0{,}015553\,p - 0{,}000052462\,p^2 \\ q = 82 \ \text{„} \ 96; \ \text{„} = 64{,}730 + 0{,}026045\,q - 0{,}000052462\,q^2 \end{cases}$$

$$b \begin{cases} p = 18 \ \text{„} \ 69; \ \text{„} = 66{,}386 + 0{,}015035\,p - 0{,}0003986\,p^2 \\ q = 31 \ \text{„} \ 82; \ \text{„} = 63{,}904 + 0{,}064686\,q - 0{,}0003986\,q^2. \end{cases}$$

Danach wäre die spezifische Drehung

für $p =$	10	20	30	40	50
$\alpha_D =$	66,65	66,48	66,30	66,10	65,90.

Schmitz[1]) arbeitete bei $+20^0$ C., bezogen auf Wasser von $+4^0$ C., Beobachtungstemperatur $+20^0$ C., und stellte folgende Formeln auf:

$$p = 5 \text{ bis } 65; \ \alpha_D = 66{,}510 + 0{,}004508\,p - 0{,}00028052\,p^2$$
$$q = 35 \ \text{„} \ 95; \ \text{„} = 64{,}156 + 0{,}051596\,q - 0{,}00028052\,q^2,$$

woraus sich nachstehende Werte berechnen:

für $p =$	10	20	30	40	50
$\alpha_D =$	66,53	66,49	66,39	66,24	66,03.

Der *Einfluſs der Temperatur* auf die spezifische Drehung wurde früher für verschwindend klein gehalten, später konstatierte Andrews,[2]) daſs letztere mit steigender Temperatur abnimmt und zwar für 1^0 um 0,0114.

Nach Schönrocks[3]) Versuchen kann zur Berechnung für eine von 20^0 C. abweichende Temperatur zwischen 12 und 25^0 die Formel angewandt werden:

$$[\alpha]_D^t = [\alpha]_D^{20} - 0{,}0144\,(t - 20).$$

Die spezifische Drehung wird durch Alkalien und deren Salze vermindert. Die Hydroxyde der Alkali- und Erdalkalimetalle, die Chloride, Nitrate, Sulfate, Karbonate, Phosphate, Azetate und Zitrate der Alkalimetalle, ferner Borax und Magnesiumsulfat, sowie auch die Chloride der Erdalkalimetalle wirken auf die Drehung vermindernd ein, und zwar wird die spezifische Drehung des Zuckers von $\alpha_D = +66{,}7$ bis auf gegen $+60$ heruntergedrückt.

Der Rohrzucker schmilzt bei 160^0 C. Erhitzt man den Zucker möglichst rasch auf 160^0 und erhält ihn noch kurze Zeit auf dieser Temperatur, so zerfällt derselbe ohne Gewichtsverlust nach der Gleichung

$$C_{12}H_{22}O_{11} = C_6H_{12}O_6 + C_6H_{10}O_5$$

in Traubenzucker und Lävulosan.[4]) Wird die Saccharose dagegen langsam auf dieselbe Temperatur erwärmt, so schmilzt sie unzersetzt zu einer klaren Flüssigkeit, welche bei dem Erkalten zu einem amorphen Glase erstarrt (Bonbonmasse). Letzteres wird nach einiger Zeit wieder kristallinisch und

[1]) Berichte 10, 1414.
[2]) Monit. scient. (4) 3, 1366.
[3]) Ber. der Phys. Techn. Reichsanstalt 1896.
[4]) Gélis. Ann. chem. III. 57. 234.

undurchsichtig. Erhitzt man Zucker (100 Teile) mit etwas Wasser (5 Teile) langsam auf 150° und läfst dann allmählich abkühlen, so erhält man ein durchscheinendes, von kleinen Kristallen durchsetztes Glas; bei rascher Abkühlung resultiert dagegen ein fast ungefärbtes, von zahllosen *feinen* Sprüngen durchsetztes Produkt, welches das spezifische Gewicht 1,666 besitzt und etwas Invertzucker enthält.

Wärmt man das erstere langsam abgekühlte Glas längere Zeit auf 160° an, so *verschwindet* nach und nach die Rotation und man erhält einen *farblosen undurchsichtigen Zucker,* welcher alkalische Kupferlösung stark reduziert. Nach Bornträger[1]) ist dieser *inaktive* Zucker nichts anderes als wasserfreier Invertzucker.

Erhitzt man trockenen Rohrzucker längere Zeit auf 170 bis 180°, so spalten sich zwei Moleküle Wasser ab und es restiert ein rotbrauner Körper, *Karamelan.*[2])

$$C_{12}H_{22}O_{11} = C_{12}H_{18}O_9 + 2\,H_2O.$$

Geht die Erhitzung weiter auf 180 bis 190°, so entsteht bei einem Gewichtsverluste von 15 Prozent *Karamelen;* bei etwa 20 Prozent Gewichtsverminderung entsteht *Karamelin.* Während die beiden ersteren Karamelkörper sich leicht in Wasser lösen, ist letzteres darin, sowie in Alkohol und Säuren gar nicht, in Alkalien nur wenig löslich. Bei noch höherer Erhitzung zerfällt der Rohrzucker vollständig und es entstehen Kohlensäure, Kohlenoxyd, Aldehyd, Azeton, sogen. Metazeton, Furfurol, Akroleïn und Benzaldehyd. Als Rückstand bleibt eine schwarze, glänzende, sehr schwer verbrennliche Kohle, die so hart ist, dafs sie Glas schneidet.

Erwärmt man wässerige neutrale Zuckerlösungen längere Zeit, so tritt bei einer Erwärmung bis 70° C. keine nennenswerte Zersetzung ein; bei höher gelegenen Temperaturen werden bald Zersetzungserscheinungen bemerkbar. Herzfeld[3]) stellte diesbezügliche Versuche an und fand, dafs die Zuckerzerstörung eine Funktion der Temperatur ist.

Durch *starke Oxydationsmittel* wird der Zucker vollständig zersetzt und es entstehen Kohlensäure, Ameisensäure und Oxalsäure. Chlor wirkt in der Kälte nicht ein, wohl aber in der Wärme. Bei 100° erfolgt völliger Zerfall unter Bildung grofser Mengen wasserlöslicher Humussubstanz. Durch überschüssiges Brom wird der Zucker verkohlt, in verdünnter wässeriger Lösung entsteht *d*-Glykonsäure und *d*-Zuckersäure. Bei der Einwirkung von Jod auf Zuckerlösungen bilden sich Jodwasserstoff und Humusstoff. Goldchlorid wird beim Kochen mit Zuckerlösungen zu metallischem Gold reduziert und oxydiert den Zucker zu *d*-Glykonsäure, dagegen reduziert Rohrzucker nicht alkalische Kupferoxydlösungen. (Trommersche Probe.)

---

[1]) Zeitschrift f. angew. Ch. 1889, 539.

[2]) Gélis, Ann. chim III, 52, 352; Stolle, Vortrag, Kongrefs, Berlin 1903.

[3]) Zeitschrift 43, 745.

Mit Ätznatron geschmolzen zerfällt der Rohrzucker in Wasserstoff, Methan, Kohlensäure, Ameisensäure, Essigsäure, Propionsäure, Oxalsäure, Azeton und Furfuranderivate. Kocht man Zucker mit konzentrierter Kalilauge, so entstehen Essigsäure, Wasserstoff und Oxalsäure, Ameisensäure, Milchsäure und Humussäuren. Kalkhydrat zerstört unter Luftabschlufs beim Erwärmen keinen Zucker. Kocht man an der Luft, so treten wohl Zersetzungsprodukte auf, jedoch nicht in dem Mafse, wie dies bei neutralen Lösungen der Fall ist.

Kohlensäure invertiert Zucker bei Gegenwart von Wasser in der Kälte nur sehr schwach, in der Wärme jedoch stärker.

Salzsäure und Schwefelsäure bewirken in Zuckerlösungen die völlige Inversion der Saccharose (siehe Seite 16). Beim Erhitzen und fortgesetztem Kochen tritt Zersetzung ein und reichliche Mengen Huminsubstanzen scheiden sich ab. Schweflige Säure wirkt ähnlich wie die Kohlensäure.

Salpetersäure invertiert den Rohrzucker schnell. Erwärmt man Zuckerlösungen mit Salpetersäure, so tritt unter sehr heftiger Reaktion völlige Oxydation ein, indem nacheinander zuerst Zuckersäure, dann Rechtsweinsäure, Traubensäure, Kassonsäure und als Endprodukt Oxalsäure entstehen. Erhitzt man 3 Teile Zucker mit 2 Teilen Salpetersäure und 1 Teil Wasser, so entwickelt sich viel Blausäure.

Ebenso wie bei den Hexosen können im Rohrzucker die Hydroxylgruppen durch Azetyl- beziehungsweise Benzoylgruppen ersetzt werden. Den vollständig azetylierten Rohrzucker die *Oktazetyl-Saccharose* stellte Herzfeld[1]) her.

Gegen Phenylhydrazin reagiert der Rohrzucker nicht. (Siehe Seite 2.)

Beim Versetzen einer alkoholischen Zuckerlösung mit Kali oder Natronlauge entstehen die Verbindungen $C_{12}H_{21}KO_{11}$ und $C_{12}H_{21}NaO_{11}$. Kocht man Zuckerlösungen mit Barynmhydratlösungen, so erhält man einen Körper $C_{12}H_{22}O_{11} . BaO$, ebenso entsteht die Verbindung $C_{12}H_{22}O_{11} . SrO + 5 H_2O$, wenn man eine Mischung konzentrierter Zuckerlösung und siedend gesättigter Strontianhydratlösung unter öfterem Umrühren langsam erkalten läfst. Derartige Körper nennt man *Saccharate*. Es sind ferner bekannt: ein anderthalbbasisches Strontiumsaccharat $3 (C_{12}H_{22}O_{11}) 2 SrO$, Strontium-Bisaccharat $C_{12}H_{22}O_{11} 2 SrO$, Kalzium-Monosaccharat $C_{12}H_{22}O_{11} CaO$, anderthalbbasisches Kalziumsaccharat $(C_{12}H_{22}O_{11})_2 . 3 CaO$, Kalzium-Bisaccharat $C_{12}H_{22}O_{11} 2 CaO$ und Kalzium-Trisaccharat $C_{12}H_{22}O_{11} . 3 CaO + 4 H_2O$. Diese Saccharate, sowie das Bleisaccharat sind wichtig für die Verfahren zur 'vollständigen Entzuckerung der Melasse. Sie sind meistens wenig beständig, schmecken nicht süfs, sind im Wasser je nach der Temperatur leicht oder schwer löslich und werden durch Säuren in die betreffenden Salze und in freien Zucker zerlegt.

[1]) Berichte 13, 267, und Zeitschrift 37, 422.

Maltose oder Malzzucker.

Die *Maltose* ist ein Umwandlungsprodukt der *Stärke*.

Zu ihrer Darstellung verfährt man nach Herzfeld[1]) folgendermafsen: 500 g Stärke werden mit 500 g Wasser von 30° angerührt, dann fügt man langsam 4 Liter kochendes Wasser hinzu und kühlt den so entstandenen Kleister auf 60° ab. Hierauf giefst man einen Malzauszug hinzu, welcher durch Digerieren von 100 g Darrmalz mit 500 g Wasser bei 30 bis 40° bereitet wurde. Nach zweistündiger Einwirkung, während derer die Temperatur genau auf 60° zu erhalten ist, filtriert man, konzentriert das Filtrat auf $^3/_4$ Liter und setzt so viel 87prozentigen Alkohol hinzu, dafs der Alkoholgehalt der ganzen Lösung 60 bis 70 Prozent beträgt; nach 24stündigem Stehen in einem verschlossenen Gefäfse giefst man dieselbe vom ausgeschiedenen sirupösen Dextrine ab, entfernt den Alkohol durch Destillation, dampft zum dünnen Sirup ein und kocht diesen am Rückflufskühler wiederholt mit 1 Liter 87 bis 90prozentigem Alkohol aus, wobei nur die Maltose gelöst wird. Die erkaltete Lösung läfst man 24 Stunden in einem geschlossenen Gefäfse stehen, wobei sich unreines Produkt abscheidet, filtriert dann von letzterem ab, konzentriert zum Sirup und läfst den restlichen Alkohol bei 20 bis 25° langsam verdunsten. Die Maltose kristallisiert in weifsen Warzen oder als feines kristallinisches Pulver aus, welches man aus 85prozentigem Alkohol umkristallisiert.

Wie schon früher (Seite 10) hervorgehoben, geschieht die Verzuckerung der Stärke durch die Einwirkung eines Enzymes der *Diastase*. Die Veränderung der Stärke unter dem Einflusse desselben ist der Gegenstand aufserordentlich zahlreicher Arbeiten gewesen, endgültige Ergebnisse liegen aber noch nach keiner Seite hin vor. Ähnlich wie die Diastase wirkt das Enzym des Speichels, das Ptyalin, und das des Pankreassaftes, das Pankreatin.

Die Maltose $C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O$ kristallisiert aus wässerigen Lösungen mit einem Molekül Wasser in weifsen Warzen oder feinen weifsen Nadeln. Über Schwefelsäure wird das Kristallwasser schwierig abgegeben, im Vakuum erst bei 100 bis 105°. Erwärmt man Maltose an der Luft auf 100 bis 110°, so entweicht das Wasser unter beginnender Zersetzung des Zuckers. Das Anhydrid geht beim Liegen an der Luft wieder in das Hydrat über.

---

[1]) Annalen 220, 200.

In Wasser, Weingeist und Methylalkohol ist die Maltose leicht löslich, schwerer jedoch in absolutem Alkohol. Das spezifische Gewicht des Zuckers ist nach Cuisinier[1]) 1,61. Reine wässerige Lösungen des Anhydrites zeigen nach Salomon[2]) folgende spezifische Gewichte:

1 % = 1,00393	15 % = 1,05827	30 % = 1,11550
5 „ = 1,01953	20 „ = 1,07740	35 „ = 1,3440
10 „ = 1,03900	25 „ = 1,09650	40 „ = 1,15320.

Die spezifische Drehung schwankt nach vielen Bestimmungen von 156,1° bis 136,4°; bei 20° beträgt dieselbe nach Herzfeld[3]) $\alpha \frac{20}{D} =$ + 136,99°.

Frisch bereitete Maltoselösungen zeigen *Multirotation* und zwar *Halbrotation*. Es tritt hier aber nicht, wie bei der Glykose und Lävulose, eine Erniedrigung der Drehung, sondern umgekehrt eine *Erhöhung* ein. So fand u. a. Hammerschmidt[4]) bei Lösungen von 1,9074, 1,8391 und 1,9608 g zu 20 ccm als Anfangsdrehungen $\alpha_D = + 116{,}0$, + 120,9 und + 117,7, als Enddrehungen $\alpha_D = + 136{,}96$, + 136,87 und + 136,75°. Die Rotation wird von der Konzentration der Lösungen und der Temperatur beeinflufst. Für je 10° Temperaturzunahme sinkt α_D um etwa 1,5°.

Durch Einwirkung von Brom erhält man *Maltobionsäure*[5]) $C_{12}H_{22}O_{12}$. Beim Erwärmen mit Alkalien tritt rasch eine Bräunung und tiefergehende Zersetzung ein, wobei viel Milchsäure entsteht. Durch verdünnte Säuren wird die Maltose invertiert. Wie schon (S. 2) hervorgehoben wurde, spaltet sich die Maltose in zwei Moleküle Glykose. Die Drehung des invertierten Malzzuckers beträgt + 54,71°. Wird die Maltose anhaltend mit verdünnten Säuren gekocht, so entstehen Ameisensäure, Lävulinsäure, einige andere Säuren sowie viel Huminsubstanz.

Durch Bierhefe wird die Maltose schnell vergoren. Ebenso leicht wirken die Milchsäure- und Buttersäurepilze.

Maltose kondensiert sich mit Benzoylchlorid und Essigsäureanhydrid zu den betreffenden Estern. Mit Phenylhydrazin gibt der Malzzucker bei anhaltendem Kochen das Osazon $C_{24}H_{32}N_4O_9$, welches sich beim Erkalten abscheidet.

Maltose reduziert ammoniakalische Kupferoxydlösung. Neben Glykose kann man die Maltose durch *Barfoëdsches Reagens* (Kupferazetatlösung) quantitativ erkennen, da eine neutrale Maltoselösung erstere nicht reduziert. Doch sind diese Methoden noch nicht genügend ausgearbeitet.

---

1) Sucrerie indig. 29, 102.
2) Journal f. pr. Ch. II, 28, 82.
3) Zeitschrift 45, 234.
4) Ebenda 40, 939.
5) Meyer und Fischer, Berichte 22, 1941.

Raffinose oder Melitriose.

Schon im Jahre 1850 bemerkte Dubrunfant, dafs einige Zucker, welche vermittelst der Barytmethode aus Rübenmelassen gewonnen waren, stark über 100° hinaus polarisierten. 1876 gelang es Loiseau, welcher dieselben Beobachtungen wie Dubrunfaut bei der Raffination von Rohzucker mittelst des Kalk-Kohlensäureverfahrens machte, nachzuweisen, dafs die hohen Polarisationen durch die Gegenwart einer neuen Zuckerart hervorgerufen werden, welche infolge ihrer leichten Löslichkeit sich in den letzten Produkten der Fabrikation anhäuft und aus diesen in der Kälte oft von selbst in langen Nadeln oder Gruppen spitzer Prismen auskristallisiert. Es glückte Loiseau, diesen neuen Zucker zu isolieren, sowie seine Formel, Drehungsvermögen und Haupteigenschaften festzustellen. Loiseaus Arbeiten wurden nicht beachtet, bis Tollens[1]) und Lippmann[2]) sich mit den aus Melassen auskristallisierten Abscheidungen beschäftigten, welche ersterer sogleich als mit Loiseaus *„Raffinose“* identisch erklärte.

Loiseau wählte den Namen Raffinose deshalb für den neuen Körper, weil er denselben in Raffinerieprodukten aufgefunden hatte; er zweifelte aber nicht im geringsten daran, dafs der Ursprung des Zuckers in der Rübe selbst zu suchen ist.

Von Leplay, Pellet und Biard, ferner Bodenbender und einer Reihe anderer Forscher wurde dagegen die Vermutung ausgesprochen, dafs die Raffinose während der Fabrikation des Zuckers entsteht. Lippmann bewies darauf, dafs die *Melitriose* sich wirklich in der Rübe selbst findet und dafs aus dem Rohrzucker durch Kochen mit Alkalien niemals Raffinose entstehen könne. Dies wurde denn auch von anderen Seiten (Tollens) aus völlig bestätigt.

In gröfseren Mengen ist der Zucker in den Samen der Baumwollenpflanze vorhanden, ferner in der Eucalyptusmanna und anderen Pflanzen.

Nach Koydl[3]) verfährt man zur Gewinnung der Raffinose folgendermafsen: Man fällt die verdünnte Melasse mit Bleiessig im Überschusse und versetzt das Filtrat mit Ammoniak, wodurch zwar nicht alle Raffinose, aber doch der gröfste Teil derselben niedergeschlagen wird; die ausge-

[1]) Berichte 18, 26; Zeitschrift 35, 31, und 36, 212.
[2]) Zeitschrift 35, 257; 47, 519.
[3]) Österreichische Zeitschrift 20, 700; 21, 92.

waschene Bleiverbindung zersetzt man mit Kohlensäure, dampft das Filtrat stark ein, behandelt (was wesentlich ist!) seine Lösung in viel starkem Methylalkohol nochmals mit Kohlensäure, dampft das Filtrat nach dem Abdestillieren des Methylalkohols ein, versetzt es am Wasserbade mit Alkohol bis zur eben noch verschwindenden Trübung, filtriert heifs, läfst abkühlen, giefst von einer sirupösen geringen Ausscheidung ab, rührt etwas feste Raffinose ein und stellt die Mischung zur Kristallisation 7 bis 8 Tage in einen Eiskeller.

Die Raffinose $C_{18}H_{32}O_{16} + 5\,H_2O$ kristallisiert aus wässerigen Lösungen gewöhnlich in langen, feinen, spitzen, weifsen Nadeln. Zuweilen entstehen auch grofse klare Prismen. Mit Rohrzucker bildet sie eine eigentümliche „spitzige“ Form von Mischkristallen (siehe S. 20).

Die kristallisierte Raffinose ist in heifsem Wasser leichter, in kaltem schwerer löslich, als der Rohrzucker. Die Lösungen besitzen nicht den geringsten süfsen Geschmack. In absolutem Methylalkohol ist sie leichter löslich als der Rohrzucker.

Der *Schmelzpunkt* der Raffinose liegt bei 118 bis 119° C.

Das *Drehungsvermögen* wird von verschiedenen Beobachtern ziemlich übereinstimmend zu $\alpha_D = +104{,}5^0$ bei 20° C. angegeben. Dasselbe ist wenig abhängig von der Konzentration und Temperatur.

Bei längerem allmählichen Erwärmen auf 80° verliert die Raffinose ihr Kristallwasser. Wird der Zucker stärker erhitzt, so tritt völliger Zerfall ein und es entstehen dieselben Produkte wie bei den Hexosen oder bei dem Rohrzucker (siehe S. 24).

Durch Oxydation mit Salpetersäure entsteht *Schleimsäure*. Von Alkalien wird die Raffinose wenig angegriffen.

Mit Phenylhydrazin kondensiert sich der Zucker nicht.

Wird Raffinose mit verdünnten Säuren gekocht, so wird dieselbe invertiert, zeigt eine geringere Rechtsdrehung und reduziert alkalische Kupferoxydlösungen stark. Die Inversion geht, wie Scheibler und Mittelmeyer[1]) entdeckten, in zwei scharf getrennten Phasen vor sich. Zuerst spaltet sich Lävulose ab,

$$C_{18}H_{32}O_{16} + H_2O = C_6H_{12}O_6 + C_{12}H_{22}O_{11};$$

geht die Inversion weiter, so entstehen noch (siehe S. 2) quantitativ Traubenzucker und *d*-Galaktose.

Bleiessig wirkt auf wässerige Raffinoselösungen in keiner Weise; in Gegenwart von Ammoniak scheidet ersterer bei Anwesenheit von viel Alkohol oder Methylalkohol eine saccharatähnlich zusammengesetzte Bleiverbindung aus, welche die Zusammensetzung $C_{18}H_{32}O_{16} . 3\,PbO$ besitzt.

[1]) Berichte 22, 1678; 26, 2930.

II.
Analytische Bestimmungsmethoden.

Die analytischen Methoden zur quantitativen Bestimmung der Kohlenhydrate begründen sich entweder auf den physikalischen Eigenschaften derselben oder sie sind ferner rein chemischer Natur oder auch endlich eine Kombination beider.

Unter den physikalischen Bestimmungsmethoden ist die am häufigsten angewendete die *Polarisationsmethode*. Sie gründet sich auf die Eigentümlichkeit der Kohlenhydrate, das polarisierte Licht aus seiner Ebene abzulenken.

Die zweite Art der Bestimmung ist die Ermittelung des *spezifischen Gewichtes* der wässerigen Lösungen der Zucker.

Eine weitere Möglichkeit zur analytischen Feststellung gibt das *Brechungsvermögen* der Lösungen.

Die rein chemischen Methoden basieren auf der Fähigkeit der Zucker, alkalische Kupferoxydlösungen zu reduzieren. Besitzt ein Kohlenhydrat selbst kein Reduktionsvermögen, so wird es durch Inversion in seine stets reduzierenden Komponenten zerlegt und mit Hilfe dieser bestimmt.

Die kombinierten Methoden beruhen darauf, dafs das zu untersuchende Produkt zuerst chemisch verändert und darauf physikalisch untersucht wird.

Polarisationsmethode.

Ein gewöhnlicher Lichtstrahl läfst die Schwingungen der Ätherteilchen nach allen Seiten hin frei erfolgen, ein gradlinig polarisierter Strahl dagegen läfst die Schwingungen nur nach einer einzigen Richtung hin zu. Ein solcher *linear polarisierter Lichtstrahl* verhält sich rings um seine Achse nicht mehr gleichförmig.

Die Ebene des polarisierten Lichtstrahles heifst die *Polarisationsebene*.

Die Veränderung, welche ein gewöhnlicher Lichtstrahl erleidet, wenn er unter dem Einfallswinkel von 57° auf einen ebenen Spiegel auffallend

von einem anderen ebenen Spiegel reflektiert wird, heifst *Polarisation* des Lichtstrahles. Die Ebene, welche man sich durch diesen Strahlengang gelegt denken kann, heifst *Reflexions-* oder *Polarisationsebene*. Es läfst sich dies durch das in Fig. 1 abgebildete Schema veranschaulichen. Fällt ein Lichtstrahlbündel unter 57° auf den Spiegel *a*, so wird dasselbe senkrecht nach oben reflektiert und hierdurch so polarisert, dafs die *Polarisationsebene mit der Einfallsebene zusammenfällt.* Dies kann man mit dem Spiegel *b* nachweisen. Das Strahlenbündel fällt unter dem Winkel von 57° auf den ersten Spiegel *a* und unter demselben Einfallswinkel auf den Spiegel *b*. Dieser ist mit dem durchscheinenden Papierschirm *c* um die Vertikale *xy* drehbar. Stehen nun die beiden Spiegel *a* und *b* zu einander parallel, so fällt die Einfallsebene der auf *b* treffenden polarisierten Strahlen mit ihrer Polarisationsebene zusammen, es erfolgt also eine Reflexion der Strahlen und auf dem Schirm *c* mufs ein heller Fleck sichtbar sein. Dreht man nun das System *b* und *c* um die Achse *xy*, so vermindert sich die Intensität des hellen Fleckes auf *c*; setzt man die Drehung fort, so dafs die Gesamtdrehung 90° beträgt, so wird kein Licht mehr reflektiert und der Schirm erscheint dunkel. Dreht man um weitere 90°, also zusammen 180°, so sehen wir den Lichtfleck wieder so hell, wie in der Anfangsstellung, denn die Einfallsebene bei *b* fällt nun wieder mit der Polarisationsebene zusammen. Dreht man noch 90° weiter, also 270° zusammen, so wiederholt sich dieselbe Erscheinung wie bei der ersten Drehung von 90°. Je mehr das System sich nun wieder der ursprünglichen Stelle zu dreht, um so mehr nimmt auch die Helligkeit des Fleckes zu und erreicht am Ausgangspunkt wieder ihre Maximalhelligkeit. Dreht man das System *bc* um 90°, so dafs also völlige Verdunkelung eintritt, und bringt in die vertikale Achse zwischen *a* und *b* eine Zuckerlösung, so tritt eine plötzliche Erleuchtung des Schirmes *c* ein. Wenn nun das System um einen gewissen Winkel weiter gedreht wird, so tritt wieder eine völlige Verdunkelung ein. Die Zuckerlösung dreht also die Polarisationsebene um einen gewissen Winkel, welcher *Drehungswinkel* oder *Rotationswinkel* genannt wird.

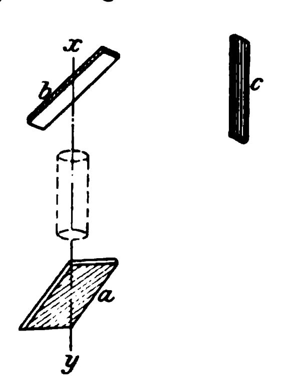


Fig. 1.

Durch Doppelbrechung in Kristallen, namentlich im Kalkspat, wird ein Lichtbündel aufserordentlich vollkommen linear polarisiert. Wenn auf eine der Flächen eines natürlichen Kalkspatrhomboëders ein Lichtstrahl senkrecht auffällt, so zerfällt derselbe bei dem Eintritt in den Kristall in zwei ungleich stark gebrochene getrennte Strahlen, welche senkrecht zu-

einander linear polarisiert sind. Wird nun als *optische Achse* des Kristalls diejenige Richtung definiert, mit welcher keine Doppelbrechung und auch keine Polarisation parallel stattfindet, wird ferner diejenige Ebene, welche das Einfallslot und die optische Achse in sich aufnimmt, als optischer Hauptschnitt bezeichnet, so ist letzterer auch gleichzeitig die Polarisationsebene des ordentlich gebrochenen Lichtstrahles. Die des aufserordentlich gebrochenen Strahles steht senkrecht zum optischen Hauptschnitte.

Es läfst sich das am vollkommensten durch ein aus Kalkspat hergestelltes *Nicolsches Prisma* erreichen. Dies ist ein aus wasserhellem Kalkspat durch Spaltung hergestelltes Prisma, dessen Querschnitt durch Fig. 2 veranschaulicht wird. Es ist ungefähr dreimal so lang als breit. Die Neigungswinkel der Endflächen gegen die Seitenkanten betragen 68°. Die beiden Teile I und II werden an ihren Spaltungsflächen mit Kanadabalsam wieder zusammengekittet, die Seitenflächen geschwärzt und der Nicol mit Kork in eine Messinghülse gefafst. Die durch die optische Achse senkrecht zu den Endflächen gelegte Ebene ist für alle auf die beiden Endflächen fallenden Strahlen der optische Hauptschnitt. Wenn nun ein unter einem kleinen Winkel mit der Längsachse einfallender Strahl auf eine der Endflächen trifft, so zerteilt er sich in zwei senkrecht zueinander polarisierte Strahlen. Der eine derselben, die ordentliche Komponente, wird an der Kittschicht total reflektiert, gegen die schwarze Seitenfläche geworfen und hier gröfstenteils absorbiert. Die zweite aufserordentliche Komponente geht durch den Kitt hindurch und tritt durch die zweite Endfläche parallel zum Eintrittswinkel aus. Die Polarisationsebene dieser letzteren Komponente des Strahles liegt senkrecht zum Hauptschnitt. *Geht also ein Lichtbündel durch ein Nicolsches Prisma, so ist das austretende Licht senkrecht zum Hauptschnitt geradlinig polarisiert.*

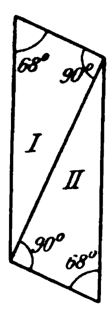


Fig. 2.

Denken wir uns nun zwei solcher Nicolscher Prismen hintereinander so aufgestellt, dafs das erste feststeht, das zweite dagegen um seine Längsachse drehbar ist, so nennt man das erstere den *Polarisator* und das zweite den *Analysator*. Fällt jetzt ein Strahlenbündel auf den Polarisator, so wird es von diesem senkrecht zum Hauptschnitt desselben polarisiert. Es trifft nun auf den Analysator. Steht dieser so, dafs sein Hauptschnitt parallel mit demjenigen des Polarisators liegt, so wird das bereits polarisierte Licht nicht weiter zerlegt und das Gesichtsfeld des Analysators, d. h. die dem Beobachter zugekehrte Endfläche, muss *gleichmäfsig hell erscheinen*. Drehen wir den Analysator um 180°, so ist dies wieder der Fall, denn dann stehen die beiden Hauptschnitte wieder parallel zueinander. Stellt man die beiden Prismen nun so, dafs ihre beiden Hauptschnitte sich

rechtwinklig kreuzen, so wird das Gesichtsfeld dunkel erscheinen. Zwischen diesen zwei Stellungen wird immer nur ein Teil des aus dem Polarisator tretenden Lichtes durchgelassen, und zwar stets nur die Komponente, die senkrecht zum Hauptschnitt des Analysators polarisiert ist. Bringt man nun wieder, wie bei dem Spiegelversuche, eine von zwei planparallelen Gläsern eingeschlossene Zuckerlösung zwischen die beiden Nicols, so wird hierdurch die Polarisationsebene gedreht. *Die Bestimmung dieses Drehungswinkels ist das Mafs für die Polarisation der betreffenden Zuckerlösung.* Dieser Drehungswinkel ist für eine jede polarisierende Lösung abhängig von der Länge der durchstrahlten Schicht, sowie von der Menge der in Lösung vorhandenen aktiven Substanz, oder mit anderen Worten: die Gröfse des Polarisationswinkels ist proportional der Konzentration der polarisierenden Flüssigkeit. Gleichlange Schichten einer stets gleiche Mengen aktiver Substanz enthaltenden Lösung werden also stets dieselbe Ablenkung des polarisierten Lichtstrahles bewirken.

Auf diese soeben geschilderten Erscheinungen gründet sich die Konstruktion des Polarisationsapparates.

Zur genauen Bestimmung des Drehungswinkels sind mehrere Konstruktionen erdacht worden, welche sich ihrem Zwecke nach in zwei Klassen teilen lassen.

1. *Die sogenannten Polarisationsapparate oder Polaristrobometer.* Diese dienen für wissenschaftliche Zwecke, da mit ihrer Hilfe alle aktiven Substanzen untersucht werden können. Sie besitzen Kreisteilung und verlangen homogene Lichtquellen.

2. *Die Saccharimeter.* Dieselben sind speziell zur Gehaltsbestimmung von Zuckerlösungen eingerichtet, besitzen an Stelle der Kreisteilung eine Quarzkeilkompensation mit linearer Skala und erfordern nur gewöhnliches weifses Licht.

Für die Zwecke der Technik sind die Saccharimeter die wichtigsten Instrumente, denn sie sind aus den Bedürfnissen der Technik heraus entstanden.

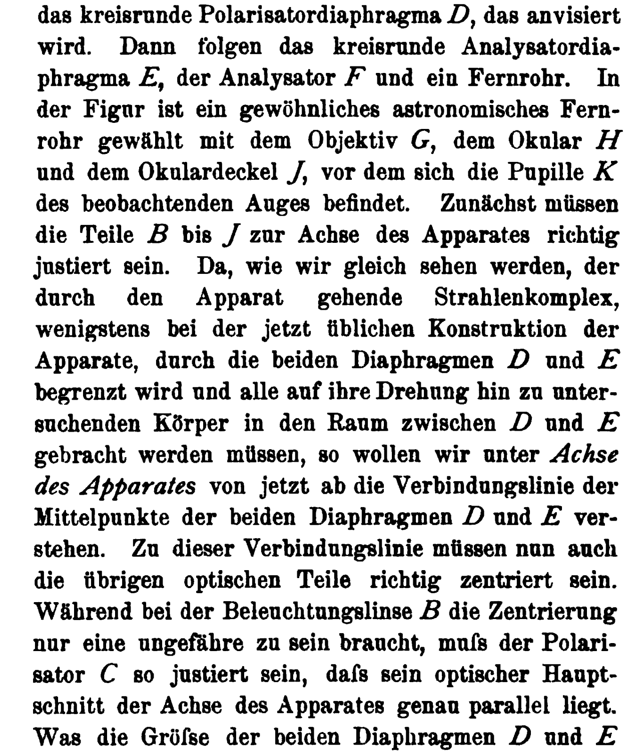
Vor der Beschreibung dieser Apparate soll der Strahlengang im Apparate selbst verfolgt werden,[1]) sowie eine Zusammenstellung aller der Forderungen gegeben werden, welche an einen guten Polarisationsapparat zu stellen sind.

---

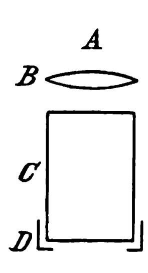
[1]) Die nachfolgenden Betrachtungen über den Strahlengang sind entnommen aus Landolt, „Das optische Drehungsvermögen organischer Substanzen", Braunschweig 1898, zweite Auflage, da eine bessere Darstellung nicht gegeben werden kann. Bei allen genauen Arbeiten sind die hervorgehobenen Bemerkungen unbedingt aufmerksam zu berücksichtigen.

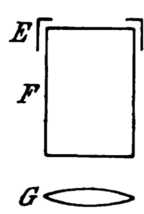
a) Strahlengang im Apparat.

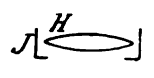
„Diejenigen optischen Teile, welche allen Apparaten gemeinsam sind, werden in Fig. 3 dargestellt. Das von der Lichtquelle *A* kommende Licht tritt durch die Beleuchtungslinse *B* in den Apparat ein und wird durch den Polarisator *C* linear polarisiert. Dicht vor diesem befindet sich



das kreisrunde Polarisatordiaphragma *D*, das anvisiert wird. Dann folgen das kreisrunde Analysatordiaphragma *E*, der Analysator *F* und ein Fernrohr. In der Figur ist ein gewöhnliches astronomisches Fernrohr gewählt mit dem Objektiv *G*, dem Okular *H* und dem Okulardeckel *J*, vor dem sich die Pupille *K* des beobachtenden Auges befindet. Zunächst müssen die Teile *B* bis *J* zur Achse des Apparates richtig justiert sein. Da, wie wir gleich sehen werden, der durch den Apparat gehende Strahlenkomplex, wenigstens bei der jetzt üblichen Konstruktion der Apparate, durch die beiden Diaphragmen *D* und *E* begrenzt wird und alle auf ihre Drehung hin zu untersuchenden Körper in den Raum zwischen *D* und *E* gebracht werden müssen, so wollen wir unter *Achse des Apparates* von jetzt ab die Verbindungslinie der Mittelpunkte der beiden Diaphragmen *D* und *E* verstehen. Zu dieser Verbindungslinie müssen nun auch die übrigen optischen Teile richtig zentriert sein. Während bei der Beleuchtungslinse *B* die Zentrierung nur eine ungefähre zu sein braucht, mufs der Polarisator *C* so justiert sein, dafs sein optischer Hauptschnitt der Achse des Apparates genau parallel liegt. Was die Gröfse der beiden Diaphragmen *D* und *E* betrifft, so sind dieselben entsprechend kleiner als die Querdimensionen der Prismen *G* und *F* zu wählen, damit noch ein hinreichend breiter Teil von etwa 2 mm an den Seitenkanten der Prismen verdeckt bleibt.







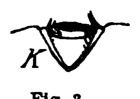


Fig. 3.

Während bei den Saccharimetern alle optischen Teile mit Ausnahme des in der Richtung der Achse *verschiebbaren* Okulares *HJ* festliegen, sind bei den Polarisationsapparaten die Teile *E* bis *J* um eine gemeinschaftliche Achse drehbar. Diese Drehungsachse, welche höchstens um wenige Minuten schleudern darf, mufs mit der Achse des Apparates genau zusammenfallen. Der optische Hauptschnitt des Analysators *F* mufs wieder der Achse des Apparates resp. der Drehungsachse genau parallel sein.

Vor allem ist darauf zu achten, dafs die Orientierung der beiden Prismen C und F zueinander eine ganz unveränderliche sei, da andernfalls beständige Nullpunktsschwankungen eintreten werden. Die Prismen müssen daher bei den Saccharimetern unveränderlich festliegen, während bei den Polarisationsapparaten der optische Hauptschnitt des drehbaren Analysators immer der Achse des Apparates parallel bleiben mufs. Ein Kriterium dafür, ob bei den Polarisationsapparaten die Prismen fehlerfrei und richtig justiert sind, bieten die folgenden beiden Untersuchungen. *Erstens müssen die beiden Nullpunkte des Apparates genau um 180° voneinander entfernt sein; nimmt man zweitens bei der Messung eines gröfseren Drehungswinkels (etwa 90°) die Beobachtungen an den beiden um 180° entfernten Einstellungspunkten vor, so müssen die beiden Werte für den Drehungswinkel gleich sein.*

Will man die aufserordentliche Genauigkeit, welche sich mit guten Polarisationsapparaten erreichen läfst, wirklich auch erzielen, so mufs man vor allem für einen vollkommen *korrekten Strahlengang* durch den Apparat bis in das Auge des Beobachters sorgen. Bei allen genaueren Polarisationsapparaten und Saccharimetern wird nun ein Gesichtsfeld anvisiert, das aus zwei oder mehr Einzelfeldern besteht, deren Helligkeiten miteinander zu vergleichen sind. Soll die Empfindlichkeit dieser Einstellungsmethode voll ausgenutzt werden, so mufs erstens die Helligkeit jedes Einzelfeldes eine ganz gleichmäfsige sein und zweitens müssen bei ruhendem Apparat die Helligkeitsverhältnisse der einzelnen Felder immer die gleichen bleiben, oder anders ausgedrückt, *die Helligkeitsverteilung im ganzen Gesichtsfelde mufs immer gleichförmig bleiben.* Beide Forderungen wären leicht zu erfüllen, wenn die Lichtquelle in ihren verschiedenen Teilen eine ganz gleichmäfsige Helligkeit besitzen würde. Dies wird aber niemals vollkommen der Fall sein, und es soll deshalb nunmehr untersucht werden, *wie der Strahlengang beschaffen sein mufs, damit die beiden obigen Forderungen trotz aller Veränderungen und Ungleichmäfsigkeiten der Verteilung der Leuchtkraft in der Lichtquelle stets erfüllt sind.* Wir wollen hierbei nur voraussetzen, dafs jeder leuchtende Punkt der Lichtquelle nach allen Richtungen gleichviel Licht aussendet. Diese Annahme wird dann stets zutreffen, wenn die hier in Betracht kommende nur kleine Fläche der Beleuchtungslinse sich in gröfserer Entfernung von der leuchtenden Fläche befindet, was also von nun ab vorausgesetzt sein soll.

Um die folgenden Betrachtungen zu vereinfachen, denken wir uns zunächst in der Fig. 3 die beiden Polarisationsprismen C und F entfernt und die beiden Diaphragmen D und F dicht an die Linsen B und S gerückt, so dafs wir also im wesentlichen nur die leuchtende Fläche A (Fig. 4), die Beleuchtungslinse B, die nunmehr anvisiert wird, und das

Fernrohr SHJ übrig behalten. Wir betrachten zuerst den Strahlengang in dem Falle, dafs die *Polarisationsprismen in paralleles Licht* gestellt sind. Um diesen Fall zu verwirklichen, wählen wir eine Beleuchtungslinse von gröfserer Brennweite und stellen in ihre Fokalebene die leuchtende Fläche. Es befinde sich also A in der Brennebene der Linse B. Die Achse des Apparates sei LM. Die Helligkeit, unter welcher ein Flächenelement im Punkte N der anvisierten Beleuchtungslinse gesehen wird, ist durch den Strahlenkegel aNb bestimmt, wofern man die leuchtende Fläche genügend grofs voraussetzt und dafür sorgt, dafs alle im Strahlenkegel aNb vorhandenen Strahlen auch wirklich durch das Fernrohr hindurch in das Auge des Beobachters gelangen. Da nun alle in dem Strahlenkegel aNb vorhandenen Strahlen vor dem Durchgange durch die Linse B a_1Nb_1 bilden, so ist die Helligkeit in N proportional der Lichtmenge, die von dem Teile a_1b_1 der leuchtenden Fläche ausgesendet wird.

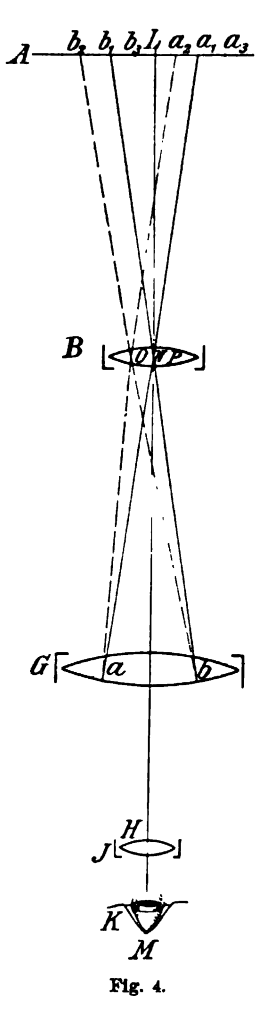


Fig. 4.

Betrachten wir nun jetzt einen Randpunkt O der anvisierten Beleuchtungslinse, so ist seine Helligkeit durch den Strahlenkegel aOb bestimmt. Beachtet man nun, dafs sich A in der Brennebene von B befindet, so ergibt sich, dafs dem Strahlenkegel aOb vor dem Durchgange durch B der Strahlenkegel a_2Ob_2 entspricht, wobei z. B. aO parallel a_2N ist. Die Helligkeit in O ist also proportional der Lichtmenge, die von dem Teile a_2b_2 der Lichtquelle ausgesendet wird. Entsprechend ergibt sich die Helligkeit in dem zu O symmetrisch liegenden Punkte P proportional der Lichtmenge, die von dem Teile a_3b_3 der leuchtenden Fläche ausgesendet wird. Wir sehen mithin, dafs für jeden Punkt von B der ihm entsprechende Teil a_nb_n an eine andere Stelle der Lichtquelle rückt. Es wird daher, falls die Lichtquelle nicht innerhalb der Partie b_2a_3 gleiche Leuchtkraft besitzt, auch die Linse B nicht gleichförmig hell erscheinen können, und es wird sich ferner die Helligkeitsverteilung in B wegen der Veränderlichkeit der Flamme mit der Zeit ändern. Blendet man nun aber die leuchtende Fläche bis auf die Partie b_3a_2 ab, so ist jetzt die Helligkeit

in jedem Punkte von B proportional der Lichtmenge, die von $b_3 a_2$ ausgesendet wird. Wie nunmehr auch die Helligkeitsverteilung in dem Teile $b_3 a_2$ beschaffen sein mag, stets wird die Linse B gleichmäſsig hell erscheinen, wie es im Prinzip verlangt wird.

Bezeichnet man den Durchmesser des Diaphragmas B mit d_2, den Abstand der beiden Diaphragmen mit c und die Brennweite der Linse B mit f, so ergibt eine einfache Betrachtung, daſs der Durchmesser e der Blende der Lichtquelle, d. h. die Gröſse $b_3 a_2$, bestimmt wird durch den Ausdruck $e = f.(d_2 - d_1):c$. Soll also die Linse B gleichmäſsig hell erscheinen, so muſs man vor allem das Objektiv G gröſser als das Gesichtsfeld B wählen und dann dafür sorgen, daſs die Lichtquelle so weit abgeblendet ist, daſs der Durchmesser der übrigbleibenden leuchtenden Kreisfläche kleiner als $f.(d_2 - d_1):c$ ist.

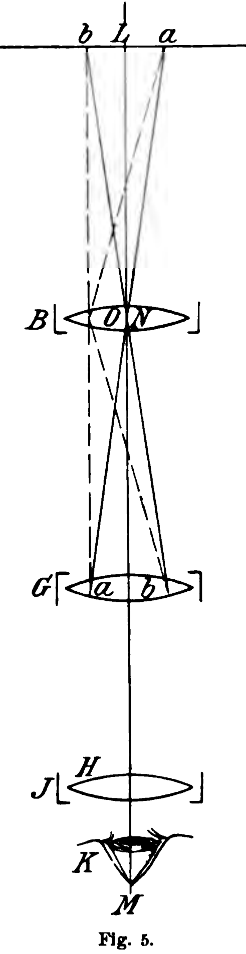


Fig. 5.

Wesentlich einfacher und günstiger liegen die Verhältnisse, wenn man die Polarisationsprismen in konvergentes Licht stellt. In Fig. 5 sei wieder A die leuchtende Fläche, B die anzuvisierende Beleuchtungslinse und GHJ das Fernrohr. Wir wollen der Lichtquelle A eine solche Lage geben, daſs das durch die Linse B erzeugte Bild von A in G entsteht, was sich bei passender Wahl der Beleuchtungslinse stets leicht ausführen läſst. Dann ist die Helligkeit des Punktes N der Beleuchtungslinse durch den Strahlenkegel aNb bestimmt, welchem der Strahlenkegel $a_1 N b_1$ gleichwertig ist. Die Helligkeit in N ist also proportional der von $a_1 b_1$ ausgesendeten Lichtmenge. Betrachten wir nun irgend einen anderen Punkt O der Beleuchtungslinse, so ist seine Helligkeit durch den Strahlenkegel aOb bestimmt. Diesem Strahlenkegel entspricht aber vor dem Durchgange durch B der Strahlenkegel $a_1 O b_1$, da ja ab das Bild von $a_1 b_1$ ist. Die Helligkeit in O ist also gleichfalls proportional der von $a_1 b_1$ ausgesendeten Lichtmenge. Jeder Punkt von B empfängt mithin sein Licht von der Partie $a_1 b_1$ der leuchtenden Fläche, so daſs die Linse B gleichmäſsig hell erscheinen wird, wie sich auch die Verteilung der Leuchtkraft in der Flamme ändern möge.

Blendet man z. B. irgend einen Teil von $a_1 b_1$ ab, so wird zwar die Gesamthelligkeit des Gesichtsfeldes B geringer werden, die Helligkeitsverteilung in B aber immer gleichförmig bleiben. *Es ist demnach als eine wichtige Regel festzuhalten, der Lichtquelle stets eine solche Lage zu geben, dafs durch die Beleuchtungslinse ein Bild der Lichtquelle auf dem Fernrohrobjektiv entworfen wird.*

Bei der jetzt üblichen Konstruktion der Apparate wird nun der durch den Apparat gehende Strahlenkomplex nicht durch die Diaphragmen der Beleuchtungslinse und des Fernrohrobjektivs begrenzt, sondern durch das Polarisator- und Analysatordiaphragma, und es wird das Polarisatordiaphragma anvisiert, das also gleichmäfsig hell erscheinen mufs. Letzteres wird dann stets der Fall sein, wenn man, wie sich nunmehr ohne weiteres einsehen läfst, *der Lichtquelle eine solche Lage gibt, dafs durch die Beleuchtungslinse ein Bild der Lichtquelle auf dem Analysatordiaphragma entworfen wird,*[1]) vorausgesetzt natürlich, dafs keines der zwischen Polarisator- und Analysatordiaphragma möglichen Strahlenbündel in seinem Verlaufe, sowohl rückwärts bis zur Lichtquelle, als auch vorwärts bis ins Auge verfolgt, eine partielle Abblendung erleidet. Man mufs also, wie sich leicht ableiten läfst, einerseits das Diaphragma b der Beleuchtungslinse gröfser als $(gi+gk+hk):i$ wählen und andererseits das Diaphragma n des Fernrohrobjektivs gröfser als $(hi+hm+gm):i$, wenn g den Durchmesser des Polarisatordiaphragmas, h den Durchmesser des Analysatordiaphragmas, i den Abstand zwischen Polarisator- und Analysatordiaphragma, k den Abstand zwischen Polarisatordiaphragma und Beleuchtungslinse und endlich m den Abstand zwischen Analysatordiaphragma und Fernrohrobjektiv bezeichnet. Wie man sieht, können Polarisator- und Analysatordiaphragma gleichgrofs oder auch verschieden sein. Es empfiehlt sich aber, sowohl das Polarisatordiaphragma nicht zu klein zu wählen, da die Empfindlichkeit mit kleiner werdendem Gesichtsfelde geringer wird, als auch das Analysatordiaphragma möglichst grofs zu wählen, da mit seinen Dimensionen die Helligkeit des Gesichtsfeldes zunimmt. Was die Brennweite der Beleuchtungslinse betrifft, so wird es sich empfehlen, durch dieselbe ein gleichgrofses Bild der Lichtquelle zu entwerfen; man wird also die Brennweite gleich dem halben Abstande zwischen Beleuchtungslinse und Analysatordiaphragma wählen und die Lichtquelle in einer Entfernung von der Beleuchtungslinse aufstellen, die

---

[1]) Zu dem Zwecke hält man an das Analysatordiaphragma ein Blättchen weifses Papier und dicht vor die Lichtquelle einen zugespitzten Draht, alsdann gibt man der Lichtquelle mit dem Draht eine solche Lage, dafs ein scharfes Bild der Drahtspitze auf dem weifsen Papier am Analysatordiaphragma erzeugt wird.

gleich dem Abstande zwischen Beleuchtungslinse und Analysatordiaphragma ist. Es ist immer gut, dicht vor der Lichtquelle eine Blende anzubringen, deren Gröfse so zu wählen ist, dafs das am Analysatordiaphragma deutlich entworfene Bild der Blende ein wenig gröfser als das Diaphragma ist.

Ist der Durchmesser *n* des Fernrohrobjektives, wie oben angegeben, genügend grofs gewählt, so werden alle vom Analysatordiaphragma kommenden Strahlen das Objektiv durchsetzen, und es ist nunmehr nur noch dafür zu sorgen, dafs diese Strahlen auch wirklich alle durch die Pupille des beobachtenden Auges gehen, da sich ja die beiden Diaphragmen des Okulars und des Okulardeckels leicht genügend grofs wählen lassen. Um ersteres zu erreichen, ist es am sichersten, die Einrichtung zu treffen, *dafs die Pupille möglichst genau in die Ebene des Okularkreises oder, genauer gesagt, in die Ebene des Bildes gebracht werden kann, welches durch das Fernrohr von dem Analysatordiaphragma entworfen wird.*

Durch passende Wahl der Fernrohrvergrösserung hat man es dann leicht in der Hand, den *Okularkreis nicht gröfser als etwa 4 mm* werden zu lassen, so dafs alle Strahlen durch die Pupillenöffnung treten können. Ja es ist gar nicht einmal durchaus nötig, den Okularkreis kleiner als die Pupille zu machen, denn durch die Ablenkung des aufserhalb des Pupillenrandes gelegenen Teiles des Okularkreises wird die gleichförmige Helligkeitsverteilung am Polarisatordiaphragma keineswegs alteriert, da ja der Okularkreis das Bild des Analysatordiaphragmas und damit zugleich ein Bild der Lichtquelle ist. Es wird also gleichsam durch die Pupille ein Teil der Lichtquelle abgeblendet, was aber, wie wir oben gesehen haben, zwar die Gesamthelligkeit des Gesichtsfeldes, nicht aber die gleichförmige Helligkeitsverteilung in demselben ändert. Um jedoch das Gesichtsfeld möglichst hell zu bekommen, wird es sich natürlich immer empfehlen, den Okularkreis kleiner als die Pupillenöffnung zu machen. Es folgt zugleich auch, dafs, falls sich die Pupille in der Ebene des Okularkreises befindet, die Änderungen in der Augenstellung beliebig grofs sein können, ohne dafs eine Änderung in der Helligkeitsverteilung des Gesichtsfeldes eintreten wird. Man wird also immer nur *astronomische Fernrohre mit konvergentem Okular* anwenden dürfen, während die gewöhnlich vorkommenden Galileischen Fernrohre, bei denen der Okularkreis innerhalb des Instrumentes liegt, zu vermeiden sind; gewöhnlich wählt man vier- bis sechsfache Vergröfserung. Um die Pupille stets sicher in die Ebene des Okularkreises bringen zu können, mufs man den Okulardeckel so vor dem Okular anbringen, dafs der Okularkreis noch etwas aufserhalb des Okulardeckels zu liegen kommt und mit der Pupillenebene zusammenfällt, wenn sich das Auge ziemlich dicht am Okulardeckel befindet.

Ist in dieser Weise für einen vollkommen korrekten Strahlengang durch den Apparat bis ins Auge des Beobachters gesorgt, so werden durch die Beleuchtungsflamme und den Strahlengang keinerlei Einstellungsfehler, d. h. keine Nullpunktschwankungen verursacht werden. Bisher hatten wir nun angenommen, dafs keine drehende Substanz eingeschaltet ist, wie dies bei den Einstellungen auf den Nullpunkt der Fall ist. Ist diese Voraussetzung nicht erfüllt, also z. B. eine Substanz, deren Brechungsexponent von dem der Luft verschieden ist, in gröfserer Schichtdicke (gefüllte Flüssigkeitsröhren) eingeschaltet, so wird der Strahlengang nicht mehr korrekt bleiben. Man wird, um das Fernrohr wieder scharf auf das Polarisatordiaphragma einzustellen, das Okular verschieben müssen, und es wird auch das Bild der Lichtquelle nicht mehr am Analysatordiaphragma zustande kommen. Es läfst sich jedoch in einfacher Weise eine solche Einrichtung treffen, dafs sowohl bei der Nullpunktbestimmung als auch bei Zwischenschaltung beliebig dicker Substanzen der Strahlengang durchaus korrekt bleibt.

Die einzuschaltenden drehenden Substanzen und Flüssigkeitsröhren sind zur Achse des Apparates gut zu zentrieren und besonders ist darauf zu achten, dafs die Flüssigkeitsröhren Diaphragmen erhalten, die noch etwas gröfser sind als das Polarisator- und Analysatordiaphragma, damit keines der Strahlenbündel, die einem Punkte des Gesichtsfeldes entsprechen, in seinem Verlaufe eine partielle Abblendung erleide."

Soll nun mit einem Saccharimeter eine Bestimmung vorgenommen werden, so muss die Beleuchtungslampe stets so aufgestellt werden, dafs auf dem Analysatordiaphragma ein scharfes Bild der vor der Lampe befindlichen Blende entsteht. Darauf ist der Nullpunkt durch mehrere Einstellungen zu kontrollieren und dann bei eingelegtem Rohr die neue Drehung durch wenigstens sechsmaliges Einstellen festzustellen. Der aus diesen letzteren Drehungen erhaltene Durchschnittswert gibt die Zahl für die Polarisation der untersuchten Flüssigkeit.

Fremdes Licht ist nach Möglichkeit vom Apparate fern zu halten, deshalb ist es vorteilhaft, das Zimmer, in welchem polarisiert werden soll, zu verfinstern.

b) Die in der Technik benutzten Saccharimeter.

(Theorie der optischen Teile.)

Das Saccharimeter unterscheidet sich von einem Polarimeter dadurch, dafs es, als für den speziellen Zweck der Zuckeranalyse bestimmt, ohne weiteres die gesuchten Prozente Zucker abzulesen gestattet, während das Polarimeter den gesuchten Betrag in Kreisgraden angibt, aus welchen dann erst die gesuchten Zahlen zu berechnen sind. Die Apparate, welche in Deutschland benutzt werden, und welche zur Ausführung der Polarisation

für die Zwecke der Steuerverwaltung vorgeschrieben sind, sind der Ventzke-Soleilsche Farbenapparat oder ein Halbschattensaccharimeter. *Nach den neuen Ausführungsbestimmungen zum Zuckersteuergesetz vom Jahre 1903 sind für die Bestimmung der Polarisation nur Halbschattensaccharimeter zu benutzen.*

Farbenapparate.

Das erste Saccharimeter wurde im Jahre 1848 von dem Pariser Optiker Soleil konstruiert und verbesserte es derselbe später in Gemeinschaft mit Duboscq. Ventzke versah es für Deutschland mit einer anderen Skala. Der Apparat ist im wesentlichen auf dem Umstande beruhend, daſs das Drehungsvermögen einer Quarzplatte mit der Dicke derselben wächst, und daſs es ferner Quarzkristalle gibt, welche die Polarisationsebene nach rechts oder nach links drehen. Werden zwei solcher Platten, welche gleich dick (3,75 mm) und senkrecht zur optischen Achse geschnitten sein müssen, aufeinandergekittet und fällt nun das linear polarisierte weiſse Licht auf diese Doppelplatte (Soleilsche Doppelplatte), so wird es beim Durchgange durch beide Hälften infolge der Rotationsdispersion als farbige Fächer nach verschiedenen Seiten gedreht. Geht ein polarisierter Lichtstrahl durch mehrere Schichten von entgegengesetztem Drehungsvermögen, so werden sich die Wirkungen je nach der Länge oder Dicke der Schichten ganz oder teilweise aufheben (kompensieren).

Der optische Teil des Saccharimeters ist so zusammengesetzt, daſs zwischen Analysator und Polarisator eine derartige Soleilsche Doppelplatte eingeschaltet ist. Der aus ersterem kommende weiſse, linear polarisierte Lichtstrahl muſs nun durch die Doppelplatte gehen und wird durch die Biquarzplatte in seine Farbenkomponenten zerlegt. Ein Teil dieser Farbstrahlen wird durch das analysierende Nicolsche Prisma durch die Stellung ihrer Polarisationsebenen für das Auge unwirksam gemacht. Die übrigen sichtbaren Strahlen färben den Doppelquarz mit einer bestimmten Mischfarbe (Teinte de passage), welche bei der allergeringsten Veränderung der Polarisationsebene in Rot oder Blau übergeht. Sieht man durch einen derartigen Apparat, so wird man das Gesichtsfeld durch einen senkrechten Strich in zwei genau gleichgroſse Felder geteilt finden, welche entweder die eben erwähnte Übergangsfarbe besitzen oder im anderen Falle blau und rot gefärbt erscheinen.

Bringt man aber nun die drehende, eventuell gefärbte Substanz in den Apparat, so wird die Übergangsfarbe nicht mehr den ursprünglichen Ton besitzen, es würde sich also der durch dieselbe charakterisierte Nullpunkt nicht mit derselben Schärfe erkennen lassen. Auſserdem ist das Auge bei jedem Beobachter verschieden, so daſs jeder einen anderen Farbton für richtig hält. Um diesen Ungelegenheiten abzuhelfen, ist das

Saccharimeter mit einem Regulator versehen, welcher aus einem Nicolschen Prisma A (Fig. 6) und der Quarzplatte B besteht. Fällt das durch den Nicol palarisierte Licht durch die Platte B, so erleidet es Rotationsdispersion, und je nach der Stellung von A zum Polarisator D wird letzterer gewisse Farbstrahlen nicht oder mit verringerter Intensität durchlassen. Die Übergangsfarbe kann also durch das Drehen des Regulators beliebig verändert werden.

Wie bereits bemerkt wurde, drehen Quarzplatten, welche senkrecht zur optischen Achse geschnitten sind, die Polarisationsebene des Lichtes ziemlich stark. Eine 1 mm dicke Platte dreht bei 20° für Natriumlicht die Ebene um $\pm 21{,}72^{\circ}$. Bringen wir nun in einen Polarisationsapparat einen positiv oder negativ drehenden Körper, so ist die Gleichgewichtslage gestört. Bei festliegendem Analysator können wir dieselbe aber so wieder herstellen, dafs wir zwischen Polarisator und Analysator noch eine negativ oder positiv drehende Quarzplatte von entsprechender Dicke so einschalten, dafs die algebraische Summe der Drehungen gleich Null ist. *Die Drehung*

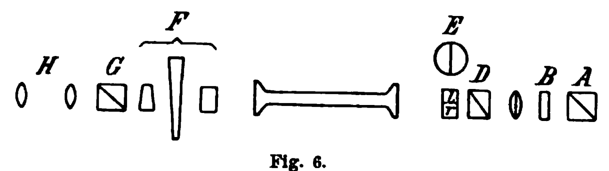


Fig. 6.

des Körpers wird also durch die entgegengesetzte der Quarzplatte kompensiert. Dieses *Charakteristikum aller Saccharimeter* verdanken wir der von Soleil 1848 erfundenen *Quarzkeilkompensation.* Sie ist weiter nichts als eine Quarzplatte, deren Dicke sich innerhalb gewisser Grenzen beliebig ändern läfst, wodurch man eine jede Drehung kompensieren kann.

Von zwei gleichdicken planparallelen und senkrecht zur optischen Achse geschnittenen Quarzplatten, der negativen $abcd$ und der positiven $efgh$ (Fig. 7), denke man sich die letztere in zwei Keile zerlegt, $eikh$ und $ifgk$, und den letzteren zum Keil lmn vergröfsert, dann besitzen die beiden Keile gleiche Keilwinkel. Denken wir uns nun diese ganze Keilkompensation zwischen Polarisator und Analysator verlegt, so dafs die Lichtstrahlen durch die Flächen bc und eh gehen, und weiter möge der kleine Keil festliegen und der gröfsere in der Richtung ik verschiebbar sein. Durch diese Verschiebung können also beliebige Dicken erhalten werden, wie z. B. die in der unteren Figur punktierte Lage die Drehung Null ergibt, da $ef = ab$ ist. Natürlich ist nun eine derartige Kompensation nur bis zu einer gewissen Gröfse möglich, und zwar wird sie um so gröfser, je länger der Keil und je gröfser der Keilwinkel ist. In der Praxis gibt man den beiden Keilen die in der unteren Figur gezeichnete Lage und verschiebt den grofsen Keil so, dafs die Flächen mn stets parallel eh bleiben.

Denken wir uns nun den Polarisationsapparat mit weifsem Lichte beleuchtet. Schalten wir jetzt zwischen Polarisator und Analysator die Keilkompensation ein, so herrscht optisches Gleichgewicht, wenn der grofse Keil so verschoben ist, dafs die ganze Kompensation die Drehung Null gibt. Dies tritt gleichzeitig für alle Strahlen der verschiedenen Wellenlängen ein, weil die Rotationsdispersion für positive und negative Quarzplatten die gleiche ist. Es ergibt sich aber auch sogleich, dafs man mit der Quarzkeilkompensation nur die Drehungen solcher aktiven Körper wird kompensieren können, welche eine gleiche Rotationsdispersion wie der Quarz besitzen. Diese Eigenschaft besitzen die Zuckerlösungen, und deshalb ist es möglich, mit den Saccharimetern bei beliebigem weifsen Lichte arbeiten zu können, während man bei den gewöhnlichen Polarisationsapparaten gezwungen ist, homogenes Licht anzuwenden.

Die *doppelte Keilkompensation* führten Schmidt & Hänsch in die Saccharimetrie ein. Das Wichtige an dieser Konstruktion ist, dafs hier auch

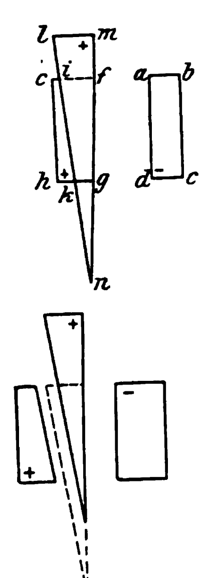


Fig. 7.

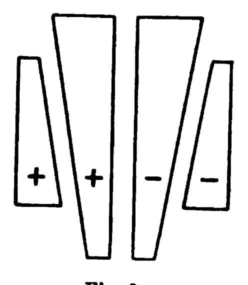


Fig. 8.

die negative Quarzplatte keilförmig geschnitten ist, dafs also sowohl die positive als auch die negative Platte eine beliebige Dicke erhalten können. In dieser doppelten Keilkompensation (Fig. 8) liegen die dickeren Enden der grofsen Keile nach derselben Seite, um die Verschiebung der Strahlen durch die zwischen den grofsen und kleinen Keilen befindlichen Luftschichten möglichst zu beseitigen. Gewöhnlich sind die Keilwinkel der beiden Antipoden gleich grofs. Selbstverständlich wird hier der Nullpunkt nicht nur durch eine einzige für immer bestimmte Lage der beweglichen grofsen Keile (Arbeitskeile) bestimmt, sondern es läfst sich derselbe durch entsprechende Verschiebungen der Keile an jeder beliebigen Stelle herstellen. Man kann also eine kleinere Drehung mehrere Male bei Ver-

wendung verschiedener Stellen der grofsen Keile kompensieren, so dafs sich aus dem Mittelwerte der Bestimmungen die etwaigen Fehler der Keilkompensation grofsenteils herausheben werden.

Auf den Keilen ist dann vermittelst einer Skala der Drehungsbetrag ablesbar.

Auf dies Weise ist also der optische Teil des Soleil-Ventzkeschen Apparates wie folgt gegeben (Fig. 9).

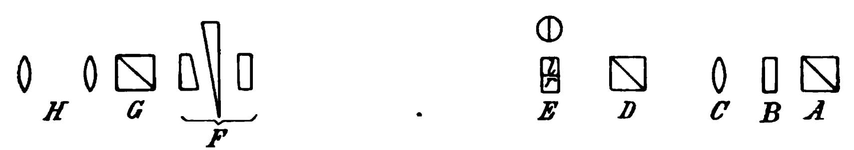


Fig. 9.

A und *B* sind der Regulator für die Veränderung der Farbe, *C* die Beleuchtungslinse, *D* der Polarisator, *E* die Soleilsche Doppelplatte, *F* die Keilkompensation, *G* der Analysator und *H* das Fernrohr.

Die Skala der Saccharimeter soll nach der Besprechung der Halbschattensaccharimeter erörtert werden.

Halbschattensaccharimeter.

Die Halbschattensaccharimeter werden mit einfacher und doppelter Keilkompensation hergestellt, ebenso baut man dieselben mit zweiteiligem und dreiteiligem Gesichtsfelde. Sie bestehen aus der Beleuchtungslinse, einer Polarisatorvorrichtung, dem Analysator und dem Fernrohr.

Die Polarisatorvorrichtung ist entweder für ein zweiteiliges Gesichtsfeld der Jellettsche oder der Lippichsche Polarisator. Für ein dreiteiliges Gesichtsfeld findet ausschliefslich der dreiteilige Lippichsche Polarisator Verwendung. Das Wesen dieser Einrichtungen möge in den folgenden Zeilen kurz besprochen werden.

Jellettscher Polarisator. Dieser erste Halbschattenpolarisator wurde im Jahre 1860 von Jellett konstruiert. Er brachte zwischen dem polarisierenden und analysierenden Nicol an dem erstern ein Prisma nachfolgender Konstruktion an. Durch Abschleifen der Enden wurde aus einem langen Kalkspathrhomboeder ein grades Prisma hergestellt, welches der Länge nach durch eine Ebene, die mit der auf seinem Hauptschnitt senkrecht stehenden Ebene den kleinen Winkel $\frac{\alpha}{2}$ bildet, in zwei Hälften geschnitten wurde. Diese beiden Stücke wurden dann wieder, aber in umgekehrter Lage, so miteinander vereinigt, dafs die beiden Hauptschnitte nicht mehr zusammenfallen, sondern den Winkel α, den Halbschatten, miteinander bilden. Dieses Prisma wird mit Diaphragmen gefafst, so dafs das runde Gesichtsfeld in zwei gleiche Teile geteilt erscheint. Das polarisierende

Nicol wird so befestigt, dafs sein Hauptschnitt entweder den spitzen oder stumpfen Winkel, den die beiden Hauptschnitte des Rhomboeders miteinander bilden, halbiert. Das Licht, welches in den Apparat gelangt, wird zunächst durch das polarisierende Nicol linear polarisiert und passiert hierauf das Kalkspathrhomboeder, in dessen beiden Hälften die Hauptschnitte schwach gegeneinander geneigt sind. Dreht man nun den Analysator so, dafs sein Hauptschnitt senkrecht zu dem des polarisierenden Nicols steht, so besitzen die beiden Gesichtsfeldhälften eine gleichförmige Beschattung. Diese wird, sowie eine aktive Substanz zwischen die beiden Prismen eingeschaltet wird, aufgehoben, und mufs man entweder den Analysator um einen bestimmten Winkel drehen oder durch die Quarzkeilkompensation die neue Ablenkung kompensieren, um wieder ungleichförmige Beschattung zu erzielen. Durch diese Drehung wird die stattgefundene Ablenkung gemessen.

Lippichscher Polarisator. Die Polarisationsvorrichtung nach Lippich entspricht den beiden Hauptanforderungen, welche an einen möglichst vollkommen konstruierten Halbschattenapparat zu stellen sind, nämlich die Verbindung der Veränderlichkeit des Halbschattens mit der Anwendbarkeit beliebiger Lichtquellen. Seine Konstruktion ist eine sehr einfache. Vor dem polarisierenden Nicol A befindet sich ein zweites kleineres Nicolsches Prisma (Halbprisma) B (Fig. 10), das den gröfseren Nicol nur zur Hälfte bedeckt, so dafs das Gesichtsfeld durch die scharfe Kante C in zwei genau gleiche Teile geteilt wird. Das Halbprisma ist unveränderlich fest, wogegen das Prisma A um die Rohrachse drehbar ist. Die Hauptschnitte mögen den spitzen Winkel α miteinander bilden. Dann ist das aus dem Prisma A kommende und durch die freie Hälfte des Gesichtsfeldes gelangende Licht senkrecht zum Hauptschnitt des Prismas A polarisiert. Der andere Teil der Strahlen wird bei seinem Eintritt in das Halbprisma B in zwei Komponenten zerlegt, von denen nur diejenige, die senkrecht zum Hauptschnitt des Halbprismas polarisiert ist, hindurchgelassen wird. Es entsteht so ein zweiteiliges Gesichtsfeld, dessen Polarisationsrichtungen den veränderlichen Halbschattenwinkel α miteinander bilden. *Zugleich bleibt auch das Licht jeder Gesichtsfeldhälfte für alle Wellenlängen linear nach derselben Richtung polarisiert, so dafs der Lippichsche Polarisator als die vollkommenste Halbschattenvorrichtung zu bezeichnen ist.*

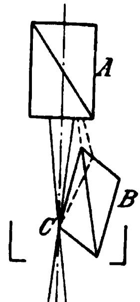


Fig. 10.

Vor allem mufs aber darauf geachtet werden, dafs die Kante C des Halbprismas vollkommen scharf und fehlerfrei sein mufs. Dann werden die beiden Hälften des Gesichtsfeldes vollkommen gleiche Helligkeit bis

unmittelbar an die Trennungslinie heran haben, und man wird, wenn die Kante *C* nur einigermafsen gut gearbeitet ist, gegen das Ende der Einstellung eine Trennungslinie nicht mehr mit einiger Sicherheit wahrnehmen können. Dies ist aber ein Erfordernis für eine leichte und genaue Einstellung.

Die Genauigkeit des Lippichschen Apparates beträgt bei zweiteiligem Gesichtsfelde und bei genügender Helligkeit bei einem Halbschatten von einem Grad ± 15 Bogensekunden.

Saccharimeter mit dreiteiligem Gesichtsfeld. Bringt man vor dem polarisierenden Nicol zwei Halbprismen derart an, wie es in Fig. 11 schematisch gezeichnet ist, so erhält man ein in drei Abteilungen geteiltes Gesichtsfeld. Es ist bei diesen Apparaten darauf zu achten, dafs die beiden Halbprismen *B* und *C* die gleiche Auslöschung geben. Dies läfst sich derart am besten prüfen, dafs man einen sehr intensiven Lichtstrahl durch den Saccharimeter schickt, dann den Analysator auf gröfste Dunkelheit der beiden Seitenfelder einstellt und hierauf das Prisma *A* so dreht, dafs auch das Mittelfeld möglichst dunkel ist; in dieser Lage ist eine Ungleichheit der Seitenprismen am deutlichsten zu erkennen.

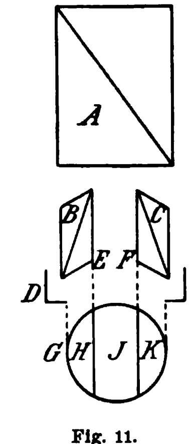


Fig. 11.

Ein grofser Vorteil der Instrumente mit dreiteiligem Gesichtsfelde ist der, dafs stets auf gleiche Helligkeit aller drei Felder eingestellt werden mufs. Durch diese Dreiteilung des Gesichtsfeldes kann im Maximum das Doppelte der Genauigkeit des zweiteiligen Feldes erreicht werden.

Die Zuckerskala der Saccharimeter. Stehen die sämtlichen optischen Teile eines Polarisationsapparates so zueinander, dass das Gesichtsfeld gleichmäfsig erhellt ist, so bezeichnet man diesen Punkt als *Nullpunkt* des Apparates. Für die Zwecke der Saccharimetrie schlug Ventzke ein Verfahren ein, bei welchem er den Gebrauch einer Wage umgehen wollte. Er stellte den Punkt fest, welchen er erhielt, wenn er in einem Rohr von 20 cm Länge eine Lösung von chemisch reinem Zucker polarisierte, welche bei der Temperatur 17,5° C. das spezifische Gewicht 1,1000, bezogen auf die Dichte des Wassers bei 17,5° C., besitzen sollte. Die Entfernung zwischen diesen beiden Punkten teilte er in 100 gleiche Teile, so dafs also ein jeder Teilstrich einem Prozent Zucker der Lösung entsprach. Wollte man nun den Zuckergehalt irgend einer Substanz bestimmen, so mufste man sich eine Lösung vom spezifischen Gewichte 1,1000 bei 17,5° C. herstellen und dieselbe im 20 cm-Rohr polarisieren. Der Punkt der Skala, bei welchem dann wieder Farbengleichheit oder gleiche

Helligkeit der Gesichtsfeldhälften eintrat, gab den gesuchten Zuckergehalt der in Frage stehenden Substanz. Selbstverständlich konnte dies Verfahren keine richtigen Resultate geben, denn das spezifische Gewicht der Lösung ist ja nicht nur allein von dem in ihr enthaltenen Zucker, sondern ebensosehr von den in ihr befindlichen anderen gelösten Stoffen abhängig. Deshalb ermittelte man den Gehalt an Zucker in 100 ccm einer aus chemisch reinem Zucker hergestellten Lösung von 1,1000 spezifischem Gewicht. Es sind dies 26,048 g Zucker in Luft mit Messinggewichten abgewogen, und da man die einmal eingeführte Skala nicht verändern wollte, so nahm man diese 26,048 g als Normalgewicht an. Wiegt man also 26,048 g chemisch reinen trockenen Zucker in der Luft mit Messinggewichten ab, löst diese Menge zu 100 ccm und polarisiert im 20 cm-Rohr, so mufs man die Drehung 100 erhalten. Da dies Verfahren vor Einführung der Mohrschen Mefskolben gebräuchlich war, so handelte es sich wahrscheinlich damals um wahre Kubikzentimeter. Hernach wurden aber Mohrsche Kubikzentimeter benutzt und so ist denn die Definition der Normalzuckerlösung die folgende: *Die Normalzuckerlösung enthält bei 17,5° C. in 100 Mohrschen Kubikzentimetern 26,048 g Zucker in Luft mit Messinggewichten abgewogen.*

Die Mohrschen Kubikzentimeter werden folgendermafsen definiert: Wägt man bei 17,5° in Luft mit Messinggewichten 100 g Wasser ab, so nennt man das vom Wasser eingenommene Volumen 100 Mohrsche Kubikzentimeter. Korrigiert man diese Wägung bezüglich der durch das Wasser verdrängten Luft und zieht man das spezifische Gewicht des Wassers bei 17,5° mit in Rechnung, so findet man, dass *100 Mohrsche Kubikzentimeter* gleich 100,234 *wahren Kubikzentimetern* sind. Für wahre Kubikzentimeter ist also die Definition der Normalzuckerlösung die folgende: *Eine Zuckerlösung besitzt den Normalgehalt, wenn sie bei 17,5° in 100 wahren Kubikzentimetern 25,9872 g chemisch reinen Rohrzucker in Luft mit Messinggewichten abgewogen enthält.* Will man ganz genaue Resultate erzielen, so müfsten alle Wägungen eigentlich auf den luftleeren Raum bezogen werden. Das spezifische Gewicht des reinen Rohrzuckers ist gleich 1,60, es entsprechen also den in Luft mit Messinggewichten abgewogenen 25,9872 g Rohrzucker 26,0030 g. *Eine Normalzuckerlösung enthält dementsprechend 26,003 g Rohrzucker in 100 wahren Kubikzentimetern bei 17,5°.* In der Technik werden aber die Wägungen in Luft beibehalten, da hier der Fehler, der durch das Nichtreduzieren entsteht, im Maximum selten bis auf 0,05 Prozent steigt. Für 26 g Zucker würden die Schwankungen im Normalgewicht durch die Änderungen der Luftdichte ungefähr $\pm 0,0007$ betragen.

Die Herstellung der Zuckerskala und die Bestimmung des Zuckergehaltes einer beliebigen Substanz würde sich also unter Beibehaltung der

alten Definition des Hundertpunktes folgendermafsen gestalten: *Man polarisiert bei 17,5° im 20 cm-Rohr im Saccharimeter eine Normallösung, welche bei 17,5° in 100 Mohrschen Kubikzentimetern 26,048 g chemisch reinen Rohrzucker in Luft mit Messinggewichten abgewogen enthält. Es ist hierbei zu beachten, dafs die Quarzkeilkompensation ebenfalls die Temperatur 17,5° hat. Auf diese Weise erhält man den Hundertpunkt (100° V.). Wägt man nun von einer beliebigen Substanz 26,048 g in Luft mit Messinggewichten ab, löst dieselben bei 17,5° zu 100 Mohrschen Kubikzentimetern und polarisiert bei 17,5° im 20 cm-Rohr, so läfst sich an der Ventzkeschen Skala direkt der Gehalt an Rohrzucker in Prozenten ablesen.*

Die Prüfung der Saccharimeterskala.[1]) Da die Übereinstimmung der Hundertpunkte der verschiedenen Saccharimeter kaum etwas zu wünschen übrig läfst, so fragt es sich jetzt nur noch, wie man die Prüfung der Skala eines einzelnen Saccharimeters zwischen Null- und Hundertpunkt ausführt. Zunächst sollten die Teilungsfehler der Skala und des Nonius unterhalb 0,05° Ventzke bleiben. Von den früher allgemein benutzten Elfenbeinskalen ist man mit Recht abgegangen, da ihre Länge durch die Feuchtigkeit der Luft stark beeinflufst wird; die Änderungen betragen 0,3° V. und mehr. Die jetzt allgemein gebräuchlichen Nickelinskalen sind von diesem Fehler frei und auch unabhängig von Temperaturschwankungen, da die Änderung der Länge zwischen 0 und 100° bei einer Temperaturänderung von 10° nur etwa 0,01° V. beträgt.

Ferner soll der Keil an allen verschiedenen Punkten der Skala korrekte Resultate geben, d. h. er soll so beschaffen sein, dafs, wenn man ihn an den *n*ten Teil der ganzen Skalenlänge (100° V.) verschiebt, stets die dadurch hervorgerufene Drehungsänderung der Keilkompensation auch gleich dem *n*ten Teil der Drehung der dem Hundertpunkt entsprechenden Normalquarzplatte ist. Dies würde genau der Fall sein, wenn der grofse Keil auf beiden Seiten absolut plan, optisch homogen, und seine Bewegung eine tadellose ist. Fehler in der Konstruktion und Beschaffenheit des kleinen Keiles und der Kompensationsplatte sind nicht von so grofser Bedeutung, da sie festliegen und sich die Keilkompensation dicht am Analysator befindet, während der Polarisator mit dem Fernrohr anvisiert wird; die von den verschiedenen Punkten des Gesichtsfeldes ausgehenden Strahlenbündel durchsetzen daher alle den kleinen Keil und die Platte in ihrer ganzen Fläche und gleichmäfsig. Was nun den grofsen Keil betrifft, so lassen sich seine Flächen bei einiger Sorgfalt immer genügend plan herstellen, so dafs hierdurch keine merklichen Fehler in den Angaben des Saccharimeters verursacht werden. Da 0,1° V. ungefähr einer Verdickung der

[1]) Landolt, Optisches Drehungsvermögen, 2. Aufl., 337; Braunschweig.

Keile um 0,0016 mm entspricht, so ist vielfach die Meinung verbreitet, die den Keil begrenzende Fläche dürfe von der absoluten Ebene nicht um $^{16}/_{10000}$ mm abweichen, wenn der Keil Ablesungen, welche auf 0,1° V. richtig sind, gestatten soll; da es aber unmöglich sei, die etwa 30 mm lange Begrenzungsfläche des Keiles so genau plan herzustellen, so erkläre es sich, dafs Abweichungen in den Keilen um Zehntel Ventzke zur Regel gehören. Dies alles beruht jedoch auf einem grofsen Irrtum; die ganze Betrachtung ist ja nur dann richtig, wenn man mit einem einzigen Lichtstrahl arbeiten würde. In Wirklichkeit arbeitet man aber mit einem Gesichtsfelde, dessen Ausdehnung etwa ein Sechstel der ganzen Keillänge beträgt. Beachtet man aufserdem noch wieder, dafs sich der Keil am Analysator befindet, so läfst sich einsehen, dafs eine schwach konvexe oder konkave Begrenzungsfläche des Keiles gar nichts schadet. Fehler ergeben sich nur dann, wenn der Krümmungsradius kein konstantes Vorzeichen hat, also Wendepunkte vorhanden sind; solche Flächen kommen aber fast niemals vor. Der Optiker kann mithin sehr wohl den Keil so herstellen, dafs durch die Konstruktion keine Fehler verursacht werden. Woher erklärt sich dann aber die Tatsache, dafs Abweichungen um mehrere Zehntel Ventzke fast zur Regel gehören?

Die Beantwortung dieser Frage ist zwar eine einfache, aber wenig erfreuliche. Die meisten aller auftretenden Fehler werden durch die optische Unreinheit der Quarzkeile hervorgerufen. Es muss nämlich leider konstatiert werden, dafs die Quarze ein sehr schlechtes Material sind, so dafs man nur in den seltensten Fällen in den Besitz optisch tadelloser, reiner Platten von 1 bis 2 qcm Fläche kommt; nun gar einen 3 cm langen, immerhin schon ziemlich dicken, vollkommen reinen Quarzkeil zu besitzen, mufs als ein sehr grofses Glück bezeichnet werden. Untersucht man die Keilkompensationen näher auf ihre optische Reinheit hin, so sollte man es manchmal für unmöglich halten, dafs man mit derartigem Material so empfindlich beobachten kann, dafs der mittlere Fehler einer Einstellung nur etwa $\pm$ 0,03° V. beträgt, und doch ist dies bei den Halbschattensaccharimetern der Fall. Dies erklärt sich daraus, dafs sich die Keilkompensation glücklicherweise am Analysator befindet, so dafs ihr Bild bei korrektem Strahlengange (siehe S. 34 ff.) mit der Pupillenebene des Auges zusammenfällt und man daher die Unreinheiten nicht erkennen kann. Verschiebt man nun aber den grofsen Keil, so werden allmählich von den Strahlen andere und andere schlechte Stellen durchsetzt, deren Drehungen ganz bedeutend voneinander abweichen können. Da aber bei einer Verschiebung des Keiles die unreinen Stellen nur allmählich den von den Lichtstrahlen angefüllten Raum durchwandern, so werden die Fehler eines Saccharimeters keine plötzlichen Änderungen von Punkt zu Punkt zeigen, dieselben werden vielmehr nur allmählichen Schwankungen unterworfen sein. Bestimmt man

daher die Fehler etwa für 5, 10, 15 . . . . ° V. und stellt den Verlauf durch Eintragungen in Koordinatenpapier graphisch dar, als Abszisse die Ventzke-Grade, als Ordinate den Fehler, und verbindet die entstehenden Punkte durch eine Kurve, so kann man aus dieser mit Sicherheit den Fehler für irgend einen Punkt der Skala entnehmen. Die einfachste und zugleich beste Fehlerbestimmung wäre die Prüfung der verschiedenen Stellen der Skala mit guten Quarzplatten. Da dies aber den einzelnen Besitzern der Saccharimeter nicht gut möglich ist, so hat man sich nach anderen Methoden einer Fehlerbestimmung umgesehen.

Genaue Resultate liefert allein die von Schmidt & Hänsch (in Berlin) konstruierte Kontrollbeobachtungsröhre. Diese Röhre besteht aus zwei ineinander verschiebbaren Röhren, welche mit einer Millimeterskala versehen sind und vermittelst eines Zahnrades beliebig verlängert oder verkürzt werden kann. Man kann also auf diese Weise sich eine beliebig lange Flüssigkeitsschicht herstellen und so mit einer einmal hergestellten Normalzuckerlösung jeden gewünschten Punkt der Skala kontrollieren. Da die Ablenkung der Polarisationsebene proportional der Länge der Flüssigkeitsschicht ist, so nimmt die Drehung in demselben Verhältnis wie die Länge der Flüssigkeitssäule ab. Die Prüfung mit der Kontrollbeobachtungsröhre hat daher in folgender Weise zu geschehen. Um unnötige Korrektionen zu vermeiden, bringt man zunächst mittelst der Noniuskorrektion den Nullstrich des Nonius mit dem Nullpunkt der Skala genau in Einklang. Alsdann müfste der Hundertpunkt gerade im richtigen Abstande von beiden Nullstrichen liegen. Man füllt dann die Röhre mit einer Zuckerlösung, deren Drehung noch etwas gröfser ist als 100° V., wenn die Röhre ganz ausgezogen ist. Nunmehr verkürzt man die Röhre, bis die Drehung genau 100° V. ist $= a$, und liest die Länge a^1 der Röhre genau ab. Hält man jetzt die Versuchsbedingungen, also hauptsächlich die Temperaturen der Keilkompensation und der Zuckerlösung konstant und verkürzt die Röhre bis auf die Länge b^1, so ist die dieser Länge entsprechende Drehung $b = \frac{a \cdot b^1}{a^1}$. Liest man aber nicht b, sondern genau b_1° V. ab, so ist der Fehler f des in nächster Nähe von b_1 gelegenen Teilstriches $f = b - b_1 = \frac{a\,b^1}{a^1} - b_1$; dieser Fehler f ist also zum Sollwert b_1 algebraisch hinzuzuaddieren, um den wirklichen Wert des Teilstriches b_1 in Ventzke-Graden zu erhalten. Man wird mithin die Fehler beliebig vieler Teilstriche für ein gröfseres Stück der Skala bestimmen können, dessen Länge davon abhängt, um wieviel man die ursprüngliche Länge der Röhre verkürzen kann. Mittelst einer passend konstruierten Kontrollbeobachtungsröhre kann man dann z. B. mit einer einzigen Zuckerlösung die Fehler von 100 bis 55 V. abwärts bestimmen. Hierauf füllt man die Röhre mit

einer neuen Zuckerlösung, deren Drehung bei ganz ausgezogener Röhre nur wenig gröfser als 55° V. ist, und wählt den Punkt 55, dessen Fehler ja bereits bekannt ist, als neuen Ausgangspunkt, und so fort, bis man schliefslich den Fehler des Teilstriches 5 bestimmt hat. Die folgende Tabelle zeigt, wie man mit fünf passend gewählten, verschiedenen Lösungen die Fehlerbestimmung der ganzen Skala ausführen kann.

Rohrlänge von 42 cm bis auf 22 cm verkürzbar:			
Rohrzuckerlösung		Ausgangspunkt ° V.	Fehlerbestimmung der Teilstriche
No.	Konzentration, d. h. Anzahl Gramm Zucker in 100 ccm Lösung		
1	12,53	100	95, 90, 85 ... 60, 55
2	6,89	55	50, 45, 40, 35, 30
3	3,76	30	25, 20, 16
4	2,00	16	15, 10, 9
5	1,13	9	5

Zuvor mufs man natürlich die Richtigkeit der Rohrskala kontrolliert haben. Durch Eintragen der Fehler der Saccharimeterskala in Koordinatenpapier erhält man dann die *Fehlerkurve.* Wie man leicht berechnen kann, erfordert eine solche Fehlerbestimmung, falls sie genügend genaue Resultate geben soll, ein schnelles und sehr aufmerksames Arbeiten. Es ist daher zu empfehlen, an zwei verschiedenen Tagen je einmal eine ganze Fehlerbestimmung durchzuführen, um ein Bild von der erzielten Genauigkeit zu gewinnen. Ist dieselbe befriedigend, so betrachtet man die mittlere Fehlerkurve als die endgültige. Erfordert also die Prüfung einer Saccharimeterskala einige Mühe, so sollte man dieselbe nie scheuen, *da die Fehler natürlich, durchaus unabhängig von der Zeit, immer dieselben bleiben, solange kein gewaltsamer Eingriff in die Optik des Saccharimeters stattfindet. Eine einmal richtig aufgestellte Fehlerkurve behält mithin für immer ihre Gültigkeit.*

Nunmehr wenden wir uns zur Betrachtung der *doppelten Keilkompensation von Schmidt & Hänsch* (siehe S. 43), über deren Nutzen man bisher sehr geteilter Meinung gewesen ist. Gewöhnlich befinden sich die Nullpunkte an den dünneren Enden der grofsen Keile, so dafs der Arbeitskeil der negative, der Kontrollkeil der positive ist. Um unnötige Nullpunktskorrektionen zu vermeiden, stelle man zunächst den Kontrollkeil genau auf 0 ein, alsdann, durch Verschieben des Arbeitskeiles, auf optisches Gleichgewicht; fällt der Nullstrich der Arbeitsskala nicht genau mit dem des Nonius zusammen, so korrigiert man die Differenz mittelst der unterhalb des dem Arbeitskeil angehörenden Nonius befindlichen

Mikrometerschraube. Dann stellt man den Arbeitskeil auf 100 und überzeugt sich, so gut es geht, von der Richtigkeit des Hundertpunktes. Wird nun mit Hilfe des Kontrollkeiles die optische Gleichgewichtslage wieder hergestellt, so mufs auch der Kontrollkeil genau auf 100 stehen. Ist dies nicht der Fall, so ist die Skala nachlässig geeicht worden, und gebe man dann einfach dem Verfertiger den Apparat zurück. Natürlich werden zumeist die beiden Skalenlängen nicht genau einander gleich sein, was aber auch gar nicht nötig ist. Würden nun die beiden Keile fehlerlos sein, so müfste, wenn man den einen Keil auf irgend einen Punkt der Skala einstellt, immer dann gerade optisches Gleichgewicht herrschen, wenn der andere Keil sich gleichfalls an demselben Punkte seiner Skala befindet. Prüft man daher in dieser Weise die beiden Keile etwa von fünf zu fünf Grad und findet die Differenzen in den Einstellungen wirklich stets unterhalb 0,03° V., so läfst sich mit grofser Wahrscheinlichkeit behaupten, dafs die Keilkompensation keine in Betracht zu ziehenden Fehler besitzt, da es ein aufserordentlicher Zufall wäre, wenn die durch die optisch unreinen Stellen des einen Keiles verursachten Fehler gerade immer durch diejenigen des anderen Keiles ausgeglichen werden würden. Immerhin wird man, um sicher zu gehen, trotz alledem wenigstens einige Punkte der Skala mit der Kontrollbeobachtungsröhre prüfen. In der Regel wird man aber bei der obigen Prüfung der beiden Keile finden, dafs die Differenzen in den Einstellungen in gewissen Partien der Skala einige Zehntel Ventzke-Grade betragen, so dafs also auch hier eine genaue Fehlerbestimmung erforderlich wird. Zu dem Zwecke sind zunächst die Einstellungsdifferenzen von 5 zu 5° V. auf folgende Weise genau zu ermitteln. Man stellt den Kontrollkeil genau auf 95 und macht mit dem Arbeitskeil fünf Einstellungen auf optisches Gleichgewicht, aus denen man das Mittel zieht und von 95 subtrahiert, wodurch die Einstellungsdifferenz bestimmt ist. In dieser Weise geht man bis zum Punkte 5. Nunmehr ist die ganze Beobachtungsreihe zu wiederholen, indem man den Arbeitskeil jedesmal genau auf 95 u. s. f. feststellt und mit dem Kontrollkeil die Einstellungen auf optisches Gleichgewicht vornimmt. Beide Reihen müssen noch innerhalb der Beobachtungsfehler gleiche Differenzen ergeben, nur mit entgegengesetztem Vorzeichen, das überhaupt bei allen Fehlerkorrektionen stets genau zu beachten ist.

Aus je zwei entsprechenden Differenzen bildet man dann das Mittel der absoluten Werte, das, mit dem richtigen Vorzeichen versehen, in die weiteren Rechnungen eingeht. Nunmehr stellt man den Kontrollkeil genau auf 0 ein und führt die genaue Fehlerbestimmung des Arbeitskeiles mit Hilfe der Kontrollbeobachtungsröhre aus, so wie es oben schon näher auseinandergesetzt worden ist. Aus der Fehlerkurve des Arbeitskeiles und der Tabelle der Einstellungsdifferenzen beider Keile erhält man dann in

leicht ersichtlicher Weise auch die Fehlerkurve des Kontrollkeiles. Letztere kann man auch noch direkt mit Hilfe der Kontrollbeobachtungsröhre und positiver Zuckerlösungen ermitteln, wenn man den Arbeitskeil genau auf 100 stellt und die Fehler des Kontrollkeiles von 5 nach 95 zu bestimmt. Dies gibt zugleich die beste Kontrolle für die Richtigkeit aller ausgeführten Rechnungen. Untersucht man nunmehr die Drehung einer Lösung mit dem einen Keil und kontrolliert die Drehung nach Ausschaltung der Lösung mit dem anderen Keil, so müssen nach Anbringung der aus den Fehlerkurven zu entnehmenden Korrektionen beide Keile stets das gleiche Resultat ergeben. *„Es ergibt sich also, dafs man mit der doppelten Keilkompensation auch nur dann richtig beobachtet und eine wirklich vollkommene Kontrolle hat, wenn man sich im Besitze der Fehlerkurven der beiden Keile befindet. Demnach kann man mit der einfachen Keilkompensation in demselben Grade richtig arbeiten, wie mit der doppelten Keilkompensation."*

Die Richtigkeit der Skala kann auch vermittelst Quarzplatten von bekanntem Drehungsvermögen kontrolliert werden. Diese Quarzplatten sind vollkommen planparallele, senkrecht zur optischen Achse geschliffene positive Platten. Eine derartige Platte wird in ein Messingrohr gefafst, welch letzteres mit einem Zeichen versehen ist, damit das Rohr im Saccharimeter stets dieselbe Lage haben soll. Ist die Drehung einer solchen Kontrollplatte auf z. B. $+ 99{,}0^{\circ}$ V. festgestellt, so mufs der Saccharimeter bei richtig eingestelltem Nullpunkt stets wieder $+ 99{,}0^{\circ}$ V. anzeigen.

Nach den Beschlüssen der internationalen Kommission für einheitliche Methoden der Zuckeruntersuchungen, welche am 24. Juli 1900 in Paris zusammentrat, wird der Hundertpunkt der Ventzke'schen Skala wie folgt bestimmt: *„Der Hundertpunkt der Saccharimeter wird erhalten, indem man die Normalzuckerlösung, welche bei 20° C. in 100 ccm (1 ccm gleich dem Volumen von 1 g Wasser von 4° im luftleeren Raum abgewogen) 26,000 g reinen Zucker in Luft mit Messinggewichten gewogen enthält, bei 20° C. im 20 cm-Rohr im Saccharimeter polarisiert".*

Auf die Besprechung der Normalgewichte in ihrem Verhältnis zu wahren und Mohr'schen Kubikzentimetern etc. wird später genauer eingegangen werden.

c) Beschreibung der Saccharimeter.

Nach der vorausgegangenen weitläufigen Erörterung der optischen Teile der Saccharimeter erübrigt es sich nur noch kurz auf die Beschreibung der einzelnen Apparatkonstruktionen einzugehen.

1. Der Apparat von Laurent.

In Fig. 12 ist der Laurent'sche Halbschattenapparat abgebildet. Das von einer homogenen Lichtquelle ausgehende Licht fällt durch die

Beleuchtungslinse S auf die Polarisatorvorrichtung P, deren Nikol sich vermittelst des Hebels h drehen läſst. Durch diese Drehungsvorrichtung ist es möglich, dem Gesichtsfelde mehr oder weniger Helligkeit zu geben, je nachdem die zu polarisierende Flüssigkeit gefärbt oder farblos ist. Bei G befindet sich der Hauptbestandteil des Apparates. Es ist dies ein rundes Diaphragma, welches eine Glasplatte enthält und zur Hälfte von einer in bestimmter Weise geschliffenen Quarzplatte bedeckt ist. Die Dicke der letzteren Platte hängt von der Wellenlänge des homogenen Lichtes ab, bei welchem man beobachten will. A ist für die Aufnahme der Beobachtungsröhren bestimmt. Bei E liegt der Analysator. F ist das Beobachtungsfernrohr. F und E sind mit der Kreisscheibe K verbunden, welche drehbar ist. ll sind die Ableselupen für Gradeinteilung und Nonien. T ist die Triebschraube für die Analysatorvorrichtung. Die Eigentümlichkeit des Laurent'schen Polarisators besteht in dem drehbaren Polarisator und der halbkreisförmigen Quarzplatte. Die rechte, unbedeckte Seite des Diaphragmas läſst das aus dem Nikol kommende polarisierte Licht ungehindert durch, während es auf der linken Seite durch die Quarzplatte eine Ablenkung erfährt.

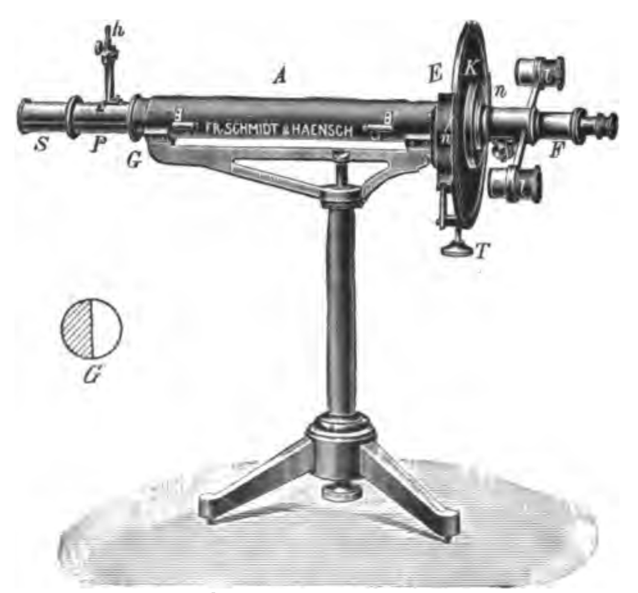


Fig. 12. Laurent's Halbschattenapparat.

Stellt man nun den Apparat auf gleichmäſsige Beschattung, also auf den Nullpunkt ein, so muſs eine später eingeschaltete drehende Substanz die Gleichartigkeit der Beleuchtung beider Kreishälften stören. Dreht man darauf den Analysator so weit, daſs wieder eine gleichmäſsige Beschattung erreicht ist, so gibt der auf der geteilten Kreisscheibe abzulesende Betrag das gesuchte Drehungsvermögen an.

Diese Apparate werden vorzugsweise in Frankreich angewendet und ist ihre Skala so eingeteilt, daſs der Hundertpunkt dem Drehungsvermögen einer Quarzplatte von 1 mm Dicke entspricht. Dieser Drehung entspricht

genau das *französische Normalgewicht* 16,350 g zu 100 ccm gelöst. Diese französische Skala mufs aber als gänzlich ungeeignet bezeichnet werden. Das Hineinziehen der Dicke einer Quarzplatte zwecks Definition der Zuckerskala ist ebenso unnötig wie unpraktisch, da das Normalgewicht jedesmal verändert werden mufs, wenn die Gröfse der absoluten Drehung von 1 mm Quarz verschieden bestimmt wird. Hieraus erklärt es sich, dafs das französische Normalgewicht in jedem Jahrzehnt wenigstens einmal abgeändert worden ist. Wie sehr dasselbe schwankte, geht aus den Grenzen hervor, in denen es sich im Laufe der Jahre bewegt hat: 16,02 und 16,471. Diese beiden Gewichtsmengen sind um 2,8 Prozent verschieden. Nach den neuesten Bestimmungen im Jahre 1899, welche auf Veranlassung des Finanzministers von Mascart und Bénard[1]) ausgeführt wurden, stellten beide Autoren 16,29 g als Normalgewicht auf.

Die Empfindlichkeit des Laurent'schen Apparates hängt von dem gewählten Halbschatten ab, welcher durch den drehbaren Polarisator beliebig verändert werden kann. Dieselbe wurde durch Heele zu erhöhen versucht, indem er die Quarzplatte ringförmig gestaltete, so dafs das Gesichtsfeld, wie Fig. 13 zeigt, konzentrisch geteilt ist.





Fig. 13. Konzentrisches Gesichtsfeld.

Der Laurent'sche Polarimeter ist, wie Lippich[2]) bewies, kein exaktes Mefsinstrument, da durch die Konstruktion nicht alle Bedingungen für einen korrekten Strahlengang erfüllt sind. Ferner werden die Bedingungen für die Quarzplatte, dafs dieselbe vollkommen planparallel, dafs sie genau parallel zur optischen Achse geschliffen ist und dafs sie vor allem stets genau die richtige Dicke besitzt, selten bei einer Platte erfüllt sein. Man kann wohl sagen,[3]) dafs man einen mit Hilfe des Laurent'schen Halbschattenapparates gemessenen Drehungswinkel höchstens auf 0,2 Prozent als richtig verbürgen kann.

2. Der Apparat von Soleil-Ventzke-Scheibler.

Der Farbenapparat von Soleil-Ventzke-Scheibler (Fig. 14) wurde schon gelegentlich (siehe S. 41) bei Besprechung der optischen Einrichtung der Farbenapparate ausführlich beschrieben, so dafs hier nicht näher darauf eingegangen zu werden braucht. Derselbe wird aber mehr und mehr durch die Halbschattenapparate verdrängt. Bei Farbenblindheit z. B. ist die Einstellung des Gesichtsfeldes auf gleiche Färbung unmöglich, bei mangel-

[1]) Annales d. Chim. et d. Phys., 9. Serie, Mai 1899, XVII, 125.

[2]) Zur Theorie der Halbschattensaccharimeter. Wien, Sitzungsberichte II, 99, 695 (1890).

[3]) Landolt, Optisches Drehungsvermögen, 1898, 2. Aufl., 314.

haftem Farbensinn ungenau, und selbst bei normalen Augen des Beobachters ist die Einstellung auf Farbengleichheit recht ermüdend.



Fig. 14. Farbenapparat Soleil-Ventzke-Scheibler.

Nach den Beschlüssen der internationalen Kommission für einheitliche Methoden der Zuckeruntersuchung vom Juli 1900 und nach den Ausführungsbestimmungen zum Zuckersteuergesetz 1903 ist die Benutzung von Farbenapparaten in Zukunft bei saccharimetrischen Bestimmungen verboten.

3. Halbschattensaccharimeter mit einfacher Keilkompensation.

Dieser Apparat ist in seiner neuesten Konstruktion (Schmidt & Hänsch) in Fig. 15 abgebildet. Die Beleuchtung erfolgt durch ein elektrisches Glühlämpchen *V*, welches aus der Batterie *A* gespeist wird. Der Spiegel *K* wirft Licht durch die Linse *H* auf die Skala. Zur Ablesung der Skalenangaben dient die Lupe *L*. Die Ablesevorrichtung sowie die Keilkompensation sind durch die Kappe *G* bedeckt, wodurch diese Teile des Apparates vor schädlichen Einwirkungen geschützt werden. *T* ist die Triebschraube für die Keilkompensation, *F* das Beobachtungsfernrohr.

In dem Teile dieses, sowie auch des Apparates mit doppelter Keilkompensation, welcher sich zwischen *P* und der Beleuchtungslampe befindet, ist ein Glasgefäfs für Bichromatlösung eingeschaltet, das durch Abschrauben des Kordelrandes vor *P* herausgenommen werden kann. Diese Bichromatlösung kann je nach der Beschaffenheit der zu untersuchenden Flüssigkeit mehr oder weniger konzentriert sein, sie darf jedoch niemals fehlen.

4. Halbschattenapparat mit doppelter Keilkompensation.

Fig. 16 (S. 58) zeigt den Halbschattenapparat mit doppelter Keilkompensation in seiner neuesten Verbesserung (Schmidt & Hänsch). Der Apparat ist mit Lippich'schem Polarisator, spannungsfreier Quarzkeil-Befestigung und neuer Ablesevorrichtung versehen, ferner sind, wie bei dem Apparate mit einfacher Keilkompensation, sämtliche Teile staubfrei eingeschlossen.

Beide Apparate sind mit einer neuen Ablesevorrichtung versehen, welche durch Fig. 17 (S. 59) veranschaulicht wird.

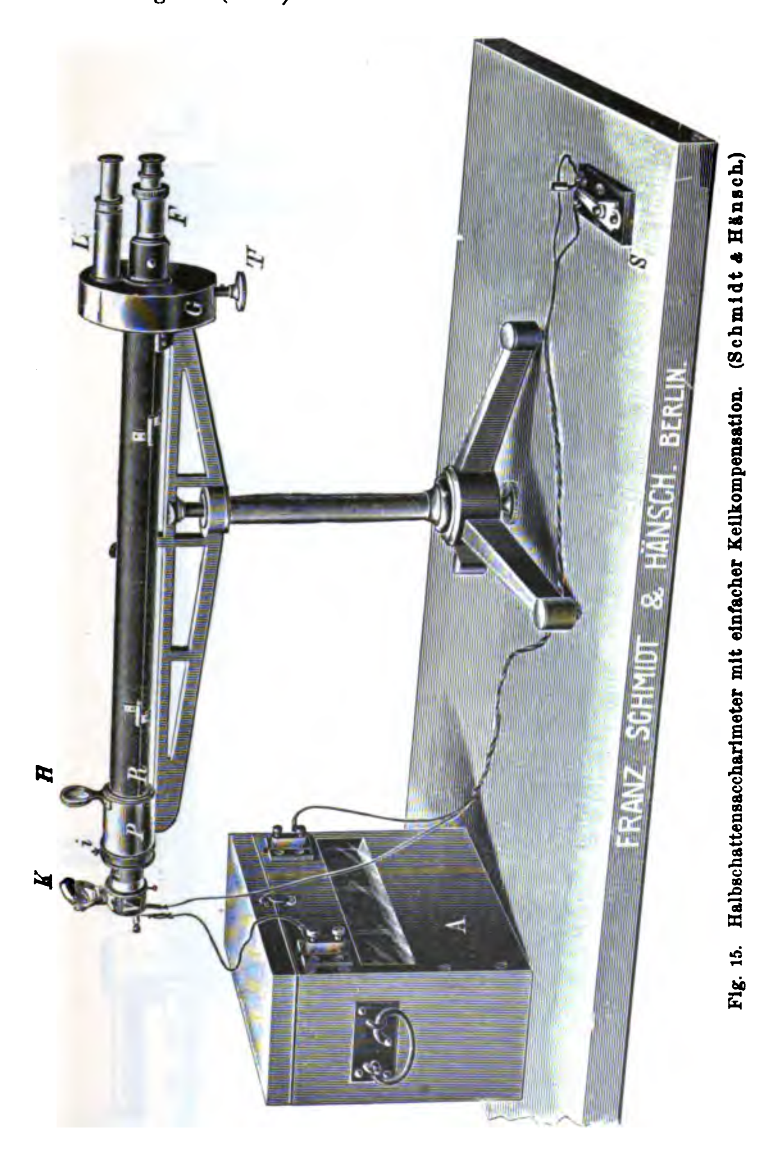


Fig. 15. Halbschattensaccharimeter mit einfacher Keilkompensation. (Schmidt & Hänsch.)

Ein Teil der von der Beobachtungslampe ausgehenden Strahlen wird von dem Spiegel *b* durch die Mattscheibe *c* hindurch auf die polierte Skalenoberfläche geworfen und von hier aus durch das Prisma *p* in ein

Mikroskop reflektiert, dessen Objektiv *d* und dessen Okular *f—g* ist. Das Mikroskop ist auf die Teilung der Skalen eingestellt. Ist die Helligkeit

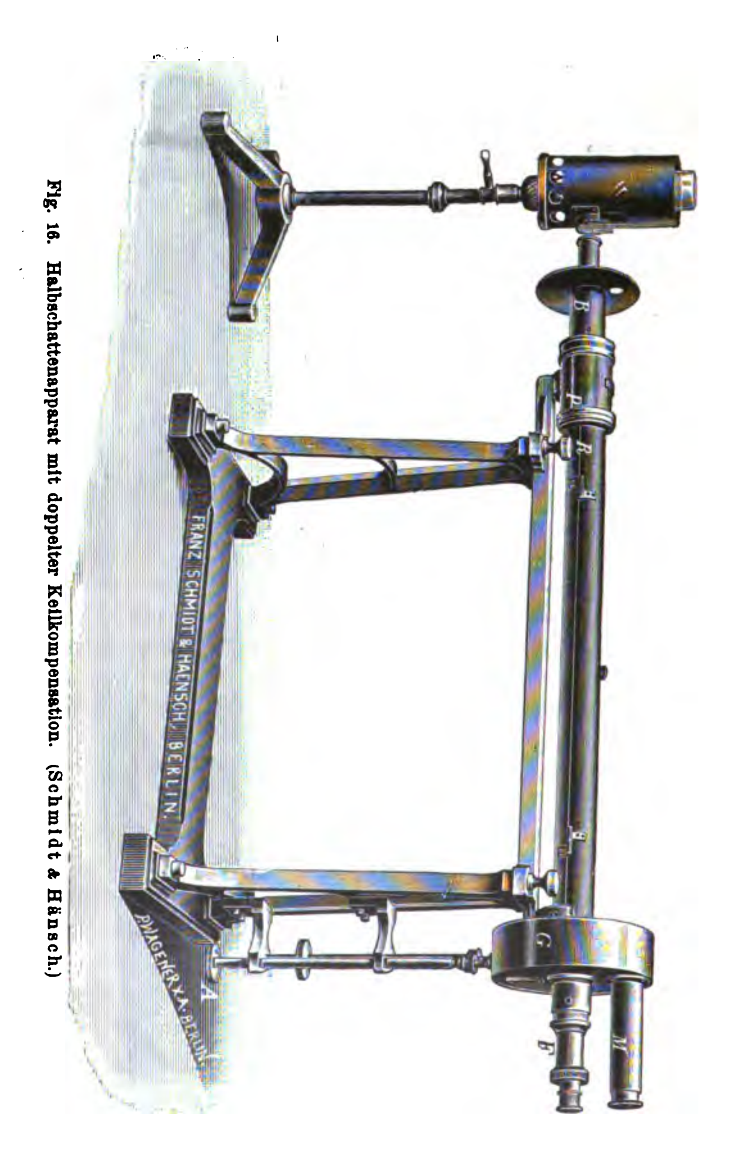


Fig. 16. Halbschattenapparat mit doppelter Keilkompensation. (Schmidt & Hänsch.)

des Gesichtsfeldes einem Beobachter zu grofs, so kann dieselbe dadurch verringert werden, dafs man in den Gang der Beleuchtungsstrahlen eine transparente Platte einschaltet.

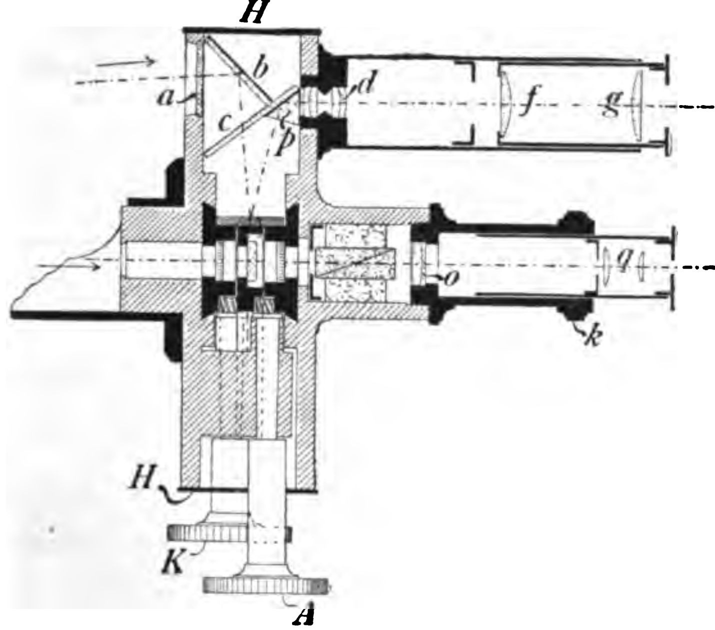


Fig. 17. Neue Ablesevorrichtung von Schmidt & Hänsch.

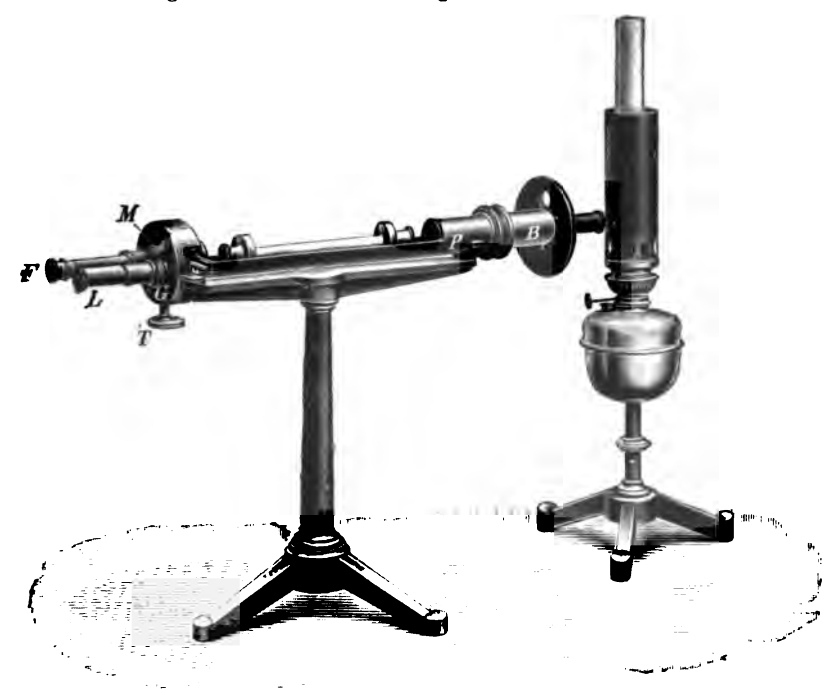


Fig. 18. Apparat mit beschränkter Skala. (Schmidt & Hänsch.)

5. Apparat mit Vergröfserungsskala, Rübenapparat.

Für Rübenpolarisationen, bei denen der Betrag der Ablesung in geringen Grenzen schwankt, ist es angenehm, eine grössere Skala zum Ablesen zu besitzen, oder auch einen Apparat mit beschränkter Skala, etwa von 0—35° Ventzke reichend, zu verwenden. Fig. 18 (S. 59) zeigt einen derartigen mit den neuesten Verbesserungen versehenen Apparat (Schmidt & Hänsch) mit beschränkter Skala.

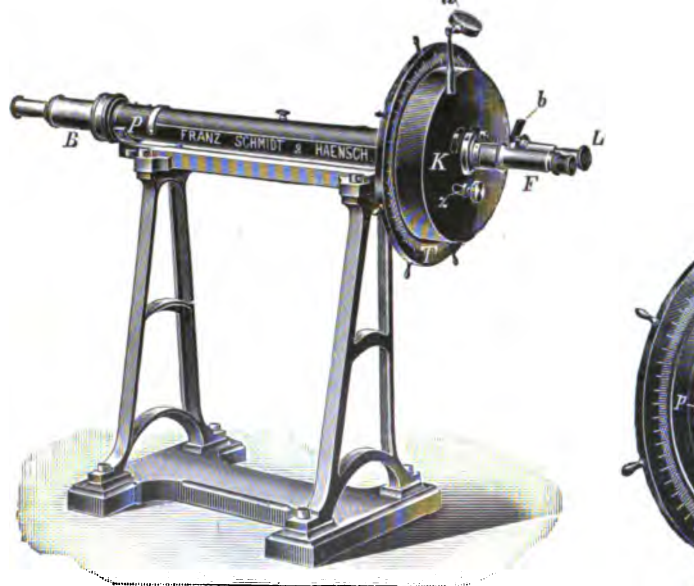


Fig. 19. Apparat mit vergröfserter beschränkter Skala. (Schmidt & Hänsch.)



Fig. 20. Vergröfserungsskala.

Fig. 19 stellt einen Apparat mit vergröfserter beschränkter Skala dar, wie ihn die Firma Schmidt & Hänsch jetzt liefert. Die Vergröfserungsskala selbst ist in Fig. 20 wiedergegeben.

Durch die Vergröfserungsskala wird ein sehr bequemes Ablesen des Drehungsbetrages ermöglicht. Mit blofsem Auge kann mann $^1/_{10}\,^0/_0$ leicht und bequem ablesen. Hierdurch erzielt man nicht nur ein schnelleres Arbeiten, sondern schont auch die Augen. Der Mechanismus der Vergröfserungsskala (Fig. 20) beruht auf einer Schneckenübertragung und funktioniert infolge seiner Einfachheit und Stabilität so sicher, dafs eine Störung des Ganges oder eine Differenz zwischen der Original- und der Vergröfserungsskala gänzlich ausgeschlossen ist. Der vorhandene Beleuchtungsspiegel kann abwechselnd für die Ablesung der einen und der anderen Skala benutzt werden.

Die erste Konstruktion eines derartigen Apparates geschah auf den Vorschlag Stammers hin.

6. Halbschattenapparat von Peters.

Der in nachstehender Fig. 21 abgebildete Saccharimeter wurde nach den Angaben Herzfeld's von dem Mechaniker Peters (Berlin)[1]) gebaut. Das Instrument ist ein Halbschattensaccharimeter mit Lippich'schem Polarisator (siehe S. 45) und doppelter Keilkompensation. Es ruht auf zwei äufserst stabilen Füssen, wodurch ein Umstossen derselben verhindert wird.

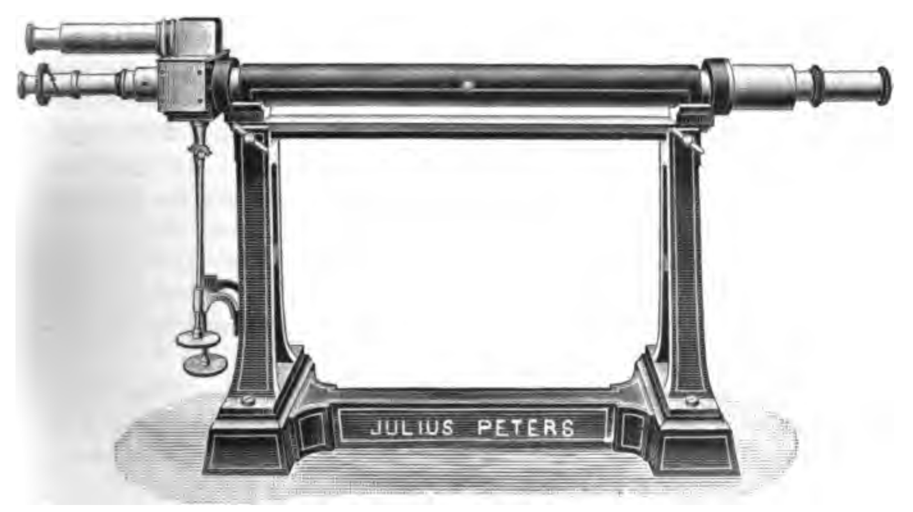


Fig. 21. Halbschattenapparat von Peters.

In der Hülse A befindet sich ein weites Glasrohr mit Deckgläschen, ähnlich einer Polarisationsröhre, welches mit verdünnter Kaliumbichromatlösung gefüllt werden kann. Der Zeiger B mit Skala dient zum Drehen des einen der beiden Nikols des Lippich'schen Polarisators. Verändert man die Stellung dieses, so mufs auch der Analysator wieder bis zur gleichen Helligkeit beider Gesichtsfeldhälften nachgedreht werden. Dies geschieht mittelst der Schrauben F. B und F müssen stets feststehen und immer dieselbe Lage zueinander haben, da sonst arge Fehler entstehen können. Das Instrument trägt bei C keinen Deckel, sondern eine zur Hälfte drehbare Röhre. Eine sehr angenehme Einrichtung ist ferner, dafs die Ein-

[1]) Thurmstrafse 4.

stellungsschrauben D und E für die beiden Keile sehr tief gelegt sind und so das Einstellen bedeutend erleichtern.

7. Polarisationsapparat von Josef & Jan Frič (Prag).

Bei diesem Apparat sind drei Neuerungen zur Ausführung gelangt.

1. Skala und Nonius sind auf Glas geätzt, was die deutlichste Ablesung auch bei gedämpftem Lichte gestattet.
2. Alle feineren Teile des Analysators: Keile, Skala, Zahnstange, Schlittenführung, Korrektionsschraube, sind in einem staubdichten Kasten verschlossen.
3. Zur Beleuchtung der Skala durch künstliches Licht ist dasjenige Licht benützt, welches bei früher konstruierten Apparaten durch das Diaphragma des Polarisators aufgehalten wird.

8. Polarisationsapparat mit Skala am Quarzkeil selbst (Dr. G. Bruhns).[1]

Die bisher bekannten Polarisationsapparate unterliegen im Laufe der Zeit namentlich durch die Einflüsse der Temperatur und des Feuchtigkeitsgehaltes der Luft erheblichen Veränderungen. Diese zwingen zur unausgesetzten Anwendung von Korrektionsmitteln. Der Grund dieser Veränderlichkeit liegt nur in den voneinander unabhängigen Veränderungen der einzelnen Konstruktionsteile und zwar erfahrungsgemäfs in der Veränderlichkeit der Skalen.

Diesen Übelständen wird durch Einritzung der Skala auf dem Quarzkeil selbst in wirksamster Weise abgeholfen. Eine gegenseitige Verschiebung des Keiles und der Skala ist hiermit unmöglich gemacht, ebenso ist die Längenausdehnung von beiden naturgemäfs stets genau dieselbe. Da von dem Winkel des Keiles, welcher völlig unveränderlich ist, die Länge der Skala allein abhängt, so genügt eine einmalige vergleichende Prüfung des Keiles mit seiner eingeritzten Skala mit Hilfe von wissenschaftlich genauen Instrumenten, um für immer für die unveränderlichen eventuellen Fehler der Skala eine Korrektionstabelle aufzustellen, womit das Erfordernis für die Eichung des Keiles erfüllt ist.

Beobachtungslampen.

Homogenes Licht.

Die Farbenapparate erfordern zu ihrer Beleuchtung eine homogene Lichtquelle. Eine solche wird durch die gelbe Natriumflamme erzeugt. Eine einfache Gasnatriumlampe ist in Fig. 22 abgebildet. Das Leuchtgas strömt durch das Schlauchmundstück A in den Brenner B. Dieser ist so über dem Zuleitungsrohr angebracht, dafs die aus der Flamme herab-

[1]) Patentschrift vom 24. Februar 1898.



fallenden Chlornatriumstückchen die Ausströmöffnung nicht verstopfen können. Um die Flamme herum ist ein Blechrohr befestigt, welches sich durch die Schraube *C* in beliebiger Höhe festklemmen läfst. An der kleinen Stange *D* ist in horizontaler Lage ein Stäbchen angebracht, welches an dem einen Ende ein Bündel feiner Platindrähte trägt, welche so gebogen sind, dafs sie einen kleinen spitzen Löffel bilden. Wird nun dieser Löffel mit trockenem Kochsalz gefüllt und in die Flamme gebracht, so entsteht eine sehr lebhafte Verdampfung des Chlornatriums, wodurch eine intensiv gelbe Färbung erzeugt wird.

An Stelle des Bündels aus Platindrähten kann man auch mit Vorteil eine Platinspirale verwenden, welche in ein geschmolzenes Gemisch von kohlensaurem Natron und phosphorsaurem Natrium getaucht ist. Aufser dieser Lampe gibt es noch eine Menge anderer Konstruktionen, welche hier aber nicht näher beschrieben werden brauchen. Unter diesen zeichnet sich besonders die Landolt'sche Natriumlampe[1]) durch ein bedeutend intensives Licht aus.

Die von du Bois[2]) beschriebenen Stifte aus Natriumbikarbonat, Natriumbromid und Tragant gefertigten Stifte entwickeln im Linnemann'schen Sauerstoffgebläse eine aufserordentlich hohe Leuchtkraft. Sie erzeugen aber Bromdämpfe, weshalb für einen guten Abzug derselben gesorgt werden mufs. Aufserdem verdampfen sie so schnell, dafs sie zu ihrer Regulierung eines Uhrwerkes bedürfen.

Viel besser sind daher die Gumlich'schen Stangen[3]) aus geschmolzener Soda. Diese verdampfen sehr langsam, erreichen aber nicht ganz dieselbe Intensität wie die du Bois'schen Stangen.



Fig. 22. Gas-Natriumlampe.

Weifses Licht.

Für die Beleuchtung der Saccharimeter wird durchweg weifses Licht verwendet. Da bei einem korrekten Strahlengange im Apparat eine besondere Gleichmäfsigkeit der Beleuchtung von keinem so grofsen Gewicht ist, so ändert die Intensität derselben in keiner Weise den Nullpunkt der Instrumente, und ist es ganz gleichgültig, ob man mit Flach- oder Rundbrennern arbeitet.[4])

Eine sehr allgemein gebrauchte Lampe für Leuchtgas ist die Schmidt & Hänsch'sche Gaslampe mit Triplexflachbrenner, Metallzylinder und Reflektor.

---

[1]) Zeitschrift für Instrumentenkunde 4, 390 (1884).

[2]) Ebenda 12, 165 (1892).

[3]) Ebenda 12, 111 (1896).

[4]) Landolt, Optisches Drehungsvermögen, 2. Aufl., 354.

Sehr zu empfehlen ist die Anwendung von Gasglühlicht, da sich dieses durch seine bedeutende Helligkeit auszeichnet. Der leuchtende Strumpf wird mit einem äufseren Mantel aus Asbest oder Porzellan umgeben, welcher an der Stelle der gröfsten Helligkeit eine Öffnung besitzt. Nach Landolt[1]) ist es nicht nötig, mattierte Glaszylinder zu verwenden, da bei richtiger Entfernung der Lampe das von der Beleuchtungslinse des Apparates entworfene Bild des Glühkörpers am Analysatordiaphragma liegt.



Fig. 23. Gaslampe mit Triplexflachbrenner. Fig. 24. Hinks'sche Petroleumlampe.

Für Petroleum ist die Hinks'sche Lampe (Fig. 24) vielfach im Gebrauch. Es ist eine Duplexlampe mit Metall- oder Asbestzylinder. Bei diesen Lampen ist zu beachten, dafs der Hebel *A* vor jedem Anzünden zurückgeschlagen wird.

Für elektrisches Licht wird gewöhnlich eine Glühlampe von 50 Kerzen bei 100 bis 110 Volt Spannung benutzt. Die Birne ist von einem geeigneten Metallzylinder umgeben, welcher aus einer seitlichen Öffnung den besten Teil des Lichtes austreten läfst.

---

[1]) Optisches Drehungsvermögen, 2. Aufl., 355.

Die Gas- und Petroleumlampen werden gewöhnlich mit einer Kondensationslinse ausgerüstet, die aber in Wirklichkeit keine Bedeutung hat.[1]) *Die Linse verstärkt durchaus nicht die Intensität der Beleuchtung und macht den Strahlengang stets inkorrekt.* Man fordere also beim Kauf einer neuen Lampe, dafs diese Kondensationslinse durch eine einfache Glasscheibe ersetzt wird.

Die neueste Beleuchtungsvorrichtung, wie sie schon an den Apparaten mit einfacher und doppelter Keilkompensation (S. 57, Fig. 15) beschrieben ist, besteht aus einem Glühlämpchen für 6 Volt Spannung (Fig. 25), das entweder in Serienschaltung mit einer an eine Zentralleitung angeschlossenen 25 kerzigen Glühlampe oder mittelst dreier Akkumulatoren (siehe Fig. 15) brennen kann.



Fig. 25. Glühlämpchen für 6 Volt Spannung.

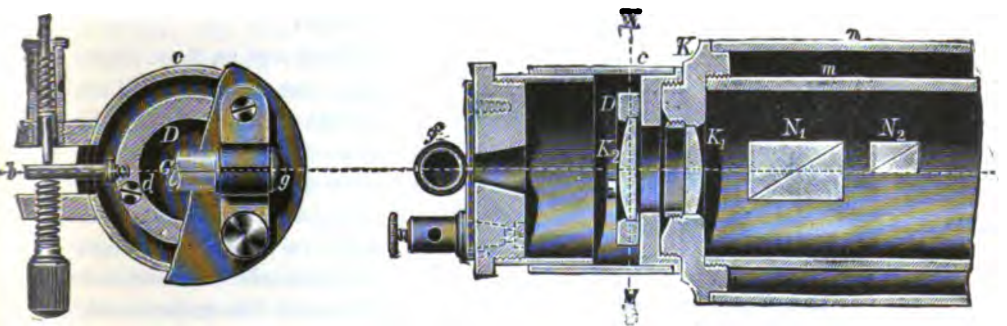


Fig. 26. Schematische Darstellung der elektrischen Beleuchtungsvorrichtung. (Schmidt & Hänsch.)

Fig. 26 ist eine schematische Darstellung dieser sehr bemerkenswerten Neuerung (Schmidt & Hänsch) und ist ohne weiteres verständlich.

Diese Beleuchtungsmethode gewährt zunächst den Vorteil eines sehr intensiven und stets völlig gleichmäfsigen Lichtes bei einer kaum merklichen Wärmeentwicklung. Sehr bequem ist die Beleuchtung auch insofern, als der Apparat in allen Stellungen stets gleichmäfsig beleuchtet ist.

Beobachtungsröhren.

Die zur Aufnahme der zu polarisierenden Lösungen bestimmten Röhren sollen stets aus Glas bestehen. Zu besonderen Zwecken ist man oft gezwungen (alkoholische Lösungen), Metallröhren zu verwenden. Diese sollten dann aber stets im Innern matt vergoldet sein. Metallröhren haben stets den Nachteil, dafs bei Temperaturveränderungen die Längenveränderungen viel gröfser sind als bei Glasröhren.

Die Normallänge der Röhren beträgt 20 cm, doch werden auch 40 cm, 10 cm und 5 cm lange Röhren gebraucht. Die 10 und 5 cm-Röhren

[1]) Optisches Drehungsvermögen, 2. Aufl., 354.



finden bei der Untersuchung von gefärbten Flüssigkeiten Verwendung, doch ist hierbei stets zu beachten, dafs der Beobachtungsfehler, welcher bei der Umrechnung auf 20 cm mit in Betracht gezogen werden mufs, sich dann auch stets verdoppelt resp. vervierfacht. Der innere Durchmesser der Röhren schwankt schwischen 6 und 12 mm. *Wie schon früher bei der Betrachtung des Strahlenganges im Apparat bemerkt wurde, müssen die Beobachtungsröhren einen etwa 3 mm gröfseren inneren Durchmesser als das Polarisator- und Analysatordiaphragma haben.* Die Röhren sind an den Enden senkrecht zur Achse sorgfältig abgeschliffen. Sind die Enden nicht senkrecht abgeschliffen, so kann man dies auf folgende Weise[1]) erkennen. Man verschliefst die mit Wasser gefüllte Röhre mit planparallelen Deckgläsern, legt sie in den Apparat und stellt das Fernrohr scharf ein. Wird dann die Röhre im Apparate gedreht, so schleudert bei gröfseren Abweichungen das Gesichtsfeld merklich.

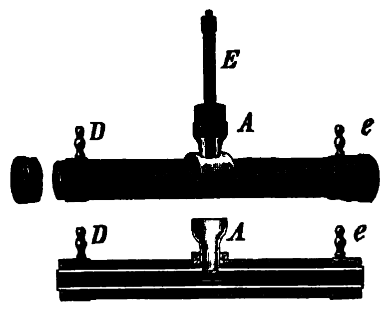


Fig. 27. Polarisationsrohr mit Wassermantel.

Die Röhren sind an ihren Enden mit Fassungen aus Metall oder Hartgummi versehen, durch welche die Deckgläschen festgehalten werden. Geschieht letzteres durch Schraubenköpfe, so ist darauf zu achten, dafs letztere nicht zu scharf angezogen werden, weil die hierdurch entstehende Doppelbrechung des Glases die Gleichmäfsigkeit des Gesichtsfeldes stört und der Nullpunkt dadurch leicht verschoben werden kann. Um dies zu vermeiden, legt man zwischen Schraubenkopf und Deckglas kleine Ringe aus Gummi oder weichem Leder, wobei aber zu beachten ist, dafs letztere nicht aus dem Diaphragma der Verschlüsse hervorsehen. Derartige fehlerhafte Ringe sind unbedingt durch neue zu ersetzen. Sehr praktisch ist der Landolt'sche Verschlufs, welcher aus einer federnden Hülse besteht, welche nach dem Aufstülpen fest an der Rohrfassung sitzt.

Für Polarisationen, welche bei bestimmten Temperaturen ausgeführt werden müssen (Inversions-Polarisation), werden Röhren verwendet, welche mit einem äufseren Metallmantel (Fig. 27) umgeben sind. In einem Wasserreservoir bereitet man sich eine gröfsere Menge Wasser von bestimmter Temperatur und leitet es in den Mantel. Das Wasser tritt durch den Stutzen *C* in den Wassermantel ein und bei *D* wieder aus. Das im Innern liegende Glasrohr wird also von dem Wasser völlig umspült. Die zu polarisierende Flüssigkeit wird durch den Stutzen *A* eingefüllt. Letzterer

[1]) Optisches Drehungsvermögen, 2. Aufl., 394.

dient auch gleichzeitig zur Aufnahme eines in Zehntel Grade geteilten Thermometers.

Für Rübenuntersuchungen wird sehr viel die Pellet'sche Röhre für ununterbrochene Polarisation gebraucht (Fig. 28). Ganz aus Metall hergestellt wird dieselbe an den Enden mit Deckgläschen und Schraubenköpfen verschlossen und dann durch den Trichter mit der zu polarisierenden Lösung angefüllt. Diese tritt aus einem am anderen Ende befindlichen Rohr in einen Gummischlauch, so dafs die im Rohr befindliche Flüssigkeit durch die nachfolgende durch Druck vollständig entfernt wird. Es ist auf diese Weise möglich, sehr viele Polarisationen schnell hintereinander ausführen zu können. Natürlich darf eine jede neue Beobachtung erst dann vorgenommen werden, wenn der alte Inhalt der Röhre durch die neue Lösung vollständig verdrängt ist. Dies erkennt man daran, dafs bei der Durchsicht die entstehenden Schlieren vollständig verschwunden sind.



Fig. 28. Polarisationsrohr nach Pellet.

Eine gute Neuerung ist in den letzten Jahren in den Handel gebracht worden. Es ist dies ein einfaches Polarisationsrohr, welches an

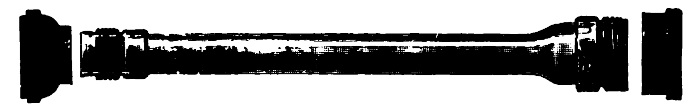


Fig. 29. Polarisationsrohr mit Erweiterung für Luftblasen.

einem Ende mit einer kugelförmigen Erweiterung zur Aufnahme von Luftblasen *a* versehen ist (Fig. 29). Diese Röhren brauchen nicht bis an den äufsersten Rand gefüllt zu werden, weil eine mit eingeschlossene kleine Luftmenge nach dem Einlegen in den Apparat in Form einer Blase in den Erweiterungsraum verschwindet und somit bei der Beobachtung nicht stört. Diese neuen Röhren zeichnen sich gegenüber den früheren durch gröfsere Bequemlichkeit und Sauberkeit aus.

Ist ein Rohr mit der zu polarisierenden Flüssigkeit gefüllt, so mufs es beim Hindurchsehen alle Gegenstände scharf erkennen lassen. Ist dies nicht der Fall, so war entweder das Rohr nicht rein, oder auch die Lösung eine ungleichmäfsige und kann nicht zur Polarisation benutzt werden.

Die Deckgläser müssen völlig planparallel aus weifsem, optisch inaktivem Glase geschliffen sein und leicht in die Verschlufsköpfe passen. Sie müssen sorgfältig frei von Schrammen und Rissen gehalten werden. Eventuelle Fehler der Gläschen in der Planparallelität eliminiert man durch Drehen der Polarisationsröhren während mehrerer Einstellungen.

Beim Reinigen der Rohre entferne man stets beide Verschlüsse und spüle mit reinem Wasser recht gründlich aus. Nach dem Trocknen stöfst man einen kleinen Pfropf von Filtrierpapier mittelst eines passenden Hölzchens durch das Rohr, welches danach beim Hindurchsehen spiegelblank sein mufs. Vor allen Dingen aber achte man darauf, dafs die gläsernen Rohrenden unter keiner Bedingung beschädigt werden.

Die Polarisationsröhren werden jetzt von den guten Bezugsfirmen mit grofser Genauigkeit hergestellt. Trotzdem aber ist es gut, sich selbst noch einmal von ihrer Richtigkeit zu überzeugen. Am einfachsten geschieht dies mit Hilfe von Stahlstäben, welche die betreffende genaue Länge besitzen. Ein derartiger Metallstab darf sich in einer mit den Deckgläschen verschlossenen Röhre weder bewegen, noch die Gläschen am genauen Anliegen verhindern. Um die Länge der Röhren mit Sicherheit auf 0,1 mm zu bestimmen, benutzt man mit Vorteil den von Landolt konstruierten Längenmesser.[1]) Es ist dies ein metallener Mafsstab, welcher mit Millimeterteilung und Nonius versehen ist und an dem einen Ende eine Schneide trägt. Will man eine Messung ausführen, so verschliefst man das zu prüfende Rohr an dem einen Ende mit einem Deckgläschen, senkt den Stab hinein, so dafs er mit der Schneide auf dem Deckgläschen steht, schiebt den Nonius so weit herunter, dafs letzterer das andere Ende der Röhre berührt, und liest die Länge an demselben ab. Hierbei ist zu beachten, dafs der Mafsstab nicht schief steht. Dies wird einige Male wiederholt, wobei man das Rohr um 90°, 180° und 270° dreht. Aus dem Mittel dieser Beobachtungen berechnet man die Rohrlänge. Selbstverständlich ist hierbei eine genaue Millimeterteilung vorausgesetzt und ist auch die Temperatur des Stabes mit in Rechnung zu ziehen. Es empfiehlt sich, derartige Längenmesser von der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt in Charlottenburg prüfen zu lassen. Es werden hier auch direkte Längenmessungen von Röhren ausgeführt und bis auf 0,01—0,02 mm sicher ermittelt.

---

[1]) Zu beziehen von Schmidt & Hänsch, Berlin S., Prinzessinnenstr. 16.

Da bei Polarisationen bei höheren Temperaturen auch die Längenausdehnung der Röhren in Betracht gezogen werden mufs, so bedient man sich für die Berechnung derselben folgender Formel:[1])

$$l_t = l_{20^0} + l_{20^0}\,\beta\,.\,(t\,.\,20),$$

worin l_t die gesuchte Länge, l_{20} die Länge bei 20° C., β der lineare Ausdehnungskoeffizient 0,000008 für Glas und 0,000019 für Messing bedeutet.

Beispiel. Eine Glasröhre mifst bei 20° C. genau 200 mm, so würde sie bei 40° die Länge besitzen:

$$l_t = 200 + 200\,.\,0{,}000008\,.\,20 = 200{,}032 \text{ mm}.$$

Eine Messingröhre mifst bei 20° C. genau 200 mm, so würde sie bei 40° die Länge besitzen:

$$l_t = 200 + 200\,.\,0{,}000019\,.\,20 = 200{,}076 \text{ mm}.$$

Diese Korrektion kommt aber nur bei langen Röhren und hohen Beobachtungstemperaturen in Betracht.

Untersuchung der Lösungen im Halbschattensaccharimeter.

Die Rotationsdispersion des Quarzes stimmt, wie schon oben (siehe S. 41) gesagt wurde, nicht genau mit der des Zuckers überein. Deshalb kann man bei der Untersuchung hochpolarisierender Zuckerlösungen eine kleine Verschiedenheit in der Färbung der Gesichtsfelder bemerken. Aus diesem Grunde können die Beobachtungsresultate verschiedener Personen erheblich voneinander abweichen, da ja nicht alle Menschen mit einem gleichmäfsigen Farbensinn ausgerüstet sind. Aus diesem Grunde schaltet man zwischen Beleuchtungslinse und Beleuchtungslampe eine Lösung von Kaliumbichromat $K_2Cr_2O_7$ ein. *Selbstverständlich mufs dann stets mit der Bichromatlösung gearbeitet werden.*

Es wird noch immer viel über die Nullpunktsveränderungen der Saccharimeter geklagt. Nach Schönrock[2]) lassen sich diese Änderungen leicht beseitigen: Man wählt die Brennweite der Beleuchtungslinse gleich dem halben Abstande zwischen Beleuchtungslinse und Analysatordiaphragma und stellt die Lichtquelle in einer Entfernung von der Beleuchtungslinse auf, die gleich dem Abstande zwischen Beleuchtungslinse und Analysatordiaphragma ist, oder noch richtiger so, dafs eventuell nach Zwischenschalten des gefüllten Absorptionskastens durch die Beleuchtungslinse ein scharfes Bild der Lichtquelle auf dem Analysatordiaphragma entworfen wird. Ist das geschehen, so wird man tagelang auch nicht die geringsten Nullpunktsverrückungen konstatieren können, da bei den Saccharimetern Polarisator und Analysator unverrückbar festliegen, was wenigstens immer der Fall

---

[1]) Landolt, Optisches Drehungsvermögen, 2. Aufl., 401.

[2]) Ebenda 344.



sein sollte; auch eine seitliche Verschiebung der Lichtquelle hat dann keine Nullpunktsänderung zur Folge.

Will man die Ventzke-Grade in Kreisgrade bezogen auf Natriumlicht umrechnen, so geschieht dies mittelst des Faktors 0,3468. Behufs bequemer Rechnung kann man die Werte zwischen 1 bis 9 . 0,3468 aus folgender Tabelle entnehmen.

1 = 0,3468	4 = 1,3872	7 = 2,4276
2 = 0,6936	5 = 1,7340	8 = 2,7744
3 = 1,0404	6 = 2,0808	9 = 3,1212

Bei den Polarisationen und bei der Feststellung des Hundertpunktes ist nach Schönrock (a. a. O.) noch folgendes zu beachten: Will man den Hundertpunkt eines Saccharimeters wirklich mit Hilfe einer Normalzuckerlösung bis auf $\pm$ 0,03° V. bestimmen, so dürfen, abgesehen von allen anderen Fehlern, wie hauptsächlich denjenigen bei der Herstellung der Normalzuckerlösung (wieder Temperatur!), die Temperaturen der Keilkompensation und der Lösung im Rohr von der in der Definition des Hundertpunktes enthaltenen Temperatur höchstens um 0,5° verschieden sein.

Spezifische Gewichtsmethode.

Unter dem spezifischen Gewicht eines Körpers versteht man die Zahl, welche angibt, um wieviel mal ein Körper schwerer ist als ein gleiches Volumen Wasser von $+ 4^{\circ}$ C.

Ein jeder Körper hat sein bestimmtes spezifisches Gewicht, welches seine Schwere bedingt. Kennt man also das spezifische Gewicht eines beliebigen Stoffes, so ist es leicht, zu berechnen, wie schwer ein Kubikzentimeter desselben ist.

Befindet sich chemisch reiner Zucker in Wasser gelöst, so wird das spezifische Gewicht der Lösungen proportional ihrem Prozentgehalt zunehmen.

Hierauf gründet sich ein Verfahren zur Bestimmung des Zuckers in Lösungen.

Das spezifische Gewicht von Zuckerlösungen kann durch die drei folgenden Arten ermittelt werden:

1. durch Aräometer oder Spindeln,
2. durch die hydrostatische Wage,
3. durch Wägung im Pyknometer.

Selbstverständlich sind die Bestimmungen nur dann genau, wenn keine anderen Substanzen mit in Lösung sind; so z. B. ruft ein Kalkzusatz von 1 % zu Zuckerlösungen eine Erhöhung des Resultates um etwa 2,6 Brix-Grade hervor.

1. *Gehaltsbestimmung durch das Aräometer.* Die Anwendung des Aräometers gründet sich auf das Gesetz, dafs die von dem untergetauchten Teil eines schwimmenden Körpers verdrängte Flüssigkeitsmenge stets so viel wiegt, wie der ganze schwimmende Körper. Taucht man also einen mit etwas Quecksilber oder Schrot beschwerten hohlen Glaszylinder, den man seiner Länge nach mit einer Skala versehen kann, in eine Zuckerlösung ein, so wird er bis zu einem gewissen Skalenteil untersinken und so unveränderlich schweben bleiben. Senkt man ihn in Wasser, so wird er tiefer einsinken, und man bezeichnet diesen Punkt der Skala als Nullpunkt. Derartige mit einer Skala versehene Instrumente heifsen *Skalen-Aräometer oder Spindeln.* Das ungleich tiefe Einsinken des Zylinders in Wasser und Zuckerlösung beruht auf dem Gesetze, dafs bei gleichem

Gewichte zweier Flüssigkeiten die Volumen derselben sich umgekehrt verhalten wie ihre spezifischen Gewichte. *Je kleiner also ein Volumen bei gleichem Gewichte ist, um so gröſser ist das spezifische Gewicht.*

Ein Skalen-Aräometer oder eine Spindel (Fig. 30) besteht aus einem hohlen zylindrischen Glaskörper, der nach unten verjüngt ist und in eine mit Quecksilber oder Schrot gefüllte Kugel endigt. Nach oben aber läuft derselbe in eine dünnere, überall gleich dicke Röhre, die Spindel genannt, aus. Der Zweck des Schrotes oder des Quecksilbers ist bereits oben besprochen, dasselbe dient nur dazu, das Instrument bis zu einer gewissen Tiefe senkrecht schwimmend in eine Flüssigkeit eintauchen zu lassen. Mittelst dieses Körpers läſst sich das spezifische Gewicht der Lösungen bestimmen. Das Aräometer wird also in verschieden spezifisch schweren Flüssigkeiten verschieden tief eintauchen und bei dünner werdenden Lösungen sich stets mehr und mehr der Lage nähern, welches es in reinem Wasser einnimmt. Bezeichnet man die letztere Stelle der Skala mit 1,0 und taucht darauf das Instrument in eine Zuckerlösung, deren spezifisches Gewicht vorher z. B. zu 1,1 bestimmt wurde, so kann man durch Einteilnng der Skala z. B. in 100 Teile das spezifische Gewicht aller zwischen 1,000 und 1,100 liegenden Lösungen bis auf $^1/_{1000}$ des Betrages ablesen. Derartige Spindeln heiſsen *rationelle* oder *spezifische Gewichtsspindeln.* Nach aufgestellten Tabellen kann man dann aus dem spezifischen Gewicht einer Zuckerlösung den Prozentgehalt derselben ermitteln. Da die Länge einer solchen Spindel eine ganz bedeutende wäre, so stellt man Aräometer her, welche stets nur einen kleineren Teil der Skala umfassen und sich untereinander ergänzen.



Fig. 30. Skalen-Aräometer.

Viel einfacher gestaltet sich die Gehaltsermittelung, wenn man an Stelle des spezifischen Gewichtes den direkten Prozentgehalt auf der Skala vermerkt. Man senkt die Spindel in Wasser von bestimmter Temperatur und bezeichnet diesen Punkt der Skala mit Null. Vertauscht man nun das Wasser mit irgend einer Lösung, deren Prozentgehalt auf eine beliebige Weise bestimmt wurde, z. B. es soll eine Zuckerlösung von 70 Prozent sein, so sinkt das Instrument wieder bis zu einer gewissen Stelle der Spindel ein. Hierbei ist vorausgesetzt, daſs die Zuckerlösung genau dieselbe Temperatur besitzt, wie vorhin das Wasser. Merkt man diese neue Eintauchstelle wiederum mit einem Strich, so hat man zwei Punkte bestimmt, deren Entfernung voneinander gleichmäſsig in eine Skala von 70 Teilstrichen eingeteilt werden kann. Aus dieser Skala kann man dann ohne weiteres den Gehalt von 0—70 prozentigen Zuckerlösungen (gleiche Temperatur stets vorausgesetzt) ablesen. Ein auf

diese Weise hergestelltes Instrument nennt man ein *Saccharimeter*. Bei der Anwendung der Saccharimeter sind keine weiteren Tabellen erforderlich, wenn stets bei der Temperatur gearbeitet wird, bei welcher dieselben justiert sind.

Die Saccharimeterskala wurde zuerst von Balling aufgestellt, später aber von Brix (Gerlach) neu berechnet und kontrolliert (siehe S. 20).

Wie schon aus dem Vorhergehenden ersichtlich ist, spielt die Temperatur bei dieser Art der Bestimmung eine sehr grofse Rolle. Es ist deshalb von allergröfster Wichtigkeit, eine allgemein anerkannte *Normaltemperatur* zu besitzen, um alle Angaben genau übereinstimmend zu erhalten. Für ein jedes Instrument mufs daher angegeben werden, bei welcher Temperatur dasselbe eingestellt worden ist. In den Zuckerfabriken wird noch allgemein als Normaltemperatur + 14,0° R. oder + 17,5° C. festgehalten.

Im *Deutschen Zuckersteuergesetz* vom 27. Mai 1896 und in Österreich (durch die Beschlüsse der im Dienste der Zuckerindustrie tätigen österr.-ungar. öffentlichen Chemiker) wird als Normaltemperatur auch + 17,5° C. vorgeschrieben. Die internationalen Kongresse befürworten aber die Einführung von + 20° C. als Normaltemperatur, wie dies schon bei der Besprechung des Normalgewichtes für Polarisationen erwähnt wurde. Am 2. Juli 1897 bestimmte die kaiserliche Normal-Eichungskommission, dafs die Temperatur + 20° C. bei der Eichung von sowohl chemischen Mefsgeräten, als auch von mit Prozentskalen versehenen Saccharimetern zugelassen wird, und es ist sehr anzuerkennen, dafs von mafsgebender Seite Schritte zur Erreichung einer einheitlichen Normaltemperatur getan werden.

Dies ist jetzt geschehen, denn die Ausführungsbestimmungen des Deutschen Zuckersteuergesetzes von 1903 bestimmen amtlich 20° C. als Normaltemperatur.

Fig. 31. Saccharimeter mit Thermometer.

Wenn auch der Preis der amtlich geeichten Instrumente etwas höher ist, so ist es doch nicht warm genug zu empfehlen, wenigstens im Laboratorium mit derartigen guten und zuverlässigen Spindeln zu arbeiten. Auch für die Kontrolle der im Fabrikbetriebe verwendeten Saccharimeter ist es Zeit und Arbeit ersparend, wenn man dieselben mit einem geprüften Instrumente vergleichen kann.

Zur Bestimmung der Temperatur sind gute Spindeln im Innern mit einem Thermometer versehen, dessen Skala entweder in dem unteren dicken Teile (Fig. 31) oder auch über der Prozentskala angebracht ist. Erstere sind für durchsichtige Lösungen, letztere für trübe oder dunkelgefärbte Flüssigkeiten zu verwenden.

Zeigt nun das Thermometer der Spindel an, dafs die zu spindelnde Lösung nicht die Normaltemperatur besitzt, so mufs durch Einstellen in

kaltes oder warmes Wasser vor allen Dingen die gewünschte Temperatur erzeugt werden. Hierbei ist zu beachten, dafs der Inhalt des Zylinders kräftig durchgeschüttelt wird, bevor man die Spindel einsenkt.

Für die Zwecke der Technik kann man die Angaben der Saccharimeter bei abweichenden Temperaturen annähernd richtig und deshalb völlig ausreichend nach der von Gerlach aufgestellten und von Sachs auf Veranlassung Stammers vereinfachten Tabelle korrigieren. (Tabelle I.) Für diese Tabelle gilt als Normaltemperatur + 17,5° C., und kann man mittelst derselben alle Saccharimeterangaben bei Temperaturen von 3 bis 100° C. auf + 17,5° zurückführen.

Zeigt eine Spindel z. B. 40° Brix bei 60° C., so sucht man in der mit 40 überschriebenen Spalte der Tafel die Stelle auf, welche horizontal nach links verlängert 60° C. als Temperatur angibt. Es ist dies in diesem Falle die Zahl 3,90, welche zu den 40° Brix hinzuzuaddieren ist. Die 60° warme Lösung enthält also bei + 17,5° C. 43,90 Prozent Zucker. Wird dieselbe Flüssigkeit dagegen z. B. bei + 10° C. untersucht, so ist nach der Tabelle der Betrag 0,48 von der Spindelangabe abzuziehen, denn jetzt würde das Instrument 44,38° anzeigen.

(Siehe Tabelle I, S. 75.)

Eine ähnliche Tabelle findet sich in Scheibler's Tabellenwerk: „Die Gehaltsermittelung der Zuckerlösungen durch Bestimmung des spezifischen Gewichts derselben“. Leider aber ist dieselbe für eine Normaltemperatur von + 15° C. berechnet und hat deshalb wenig Verbreitung in der Industrie gefunden.

In neuester Zeit wurde von der Kaiserlichen Normal-Eichungskommission eine neue Temperaturkorrektionstabelle für 20° C. berechnet.

(Siehe Tabelle II, S. 76 bis 83.)

Volquartz[1]) beschrieb 1896 eine Spindel, welche so eingerichtet ist, dafs der Quecksilberfaden des Thermometers nicht die Temperaturgrade, welche bei den meisten Betriebs-Untersuchungen ohne Interesse sind, sondern die Korrektionsgrade angibt, um welche das Resultat der Spindelung zur Ablesung der Normaldichte vermehrt oder vermindert werden mufs.

In nachstehender, den oberen Teil einer derartigen Spindel darstellenden Fig. 32 (S. 76) würde die Normaldichte

11,0° Brix
\+ 2,5° „
―――――――
13,5° Brix betragen.

Die Korrektionsskala ist in den Stift der Spindel gelegt, um den Graden eine möglichst grofse Länge geben zu können und dadurch ein genaues Ablesen zu ermöglichen.

(Fortsetzung des Textes siehe S. 84.)

[1]) Vereinszeitschrift 90, 392.



Tabelle I.

Umrechnungstabelle für Saccharimeterangaben bei verschiedenen Temperaturen auf solche von + 17,5° C. nach Sachs-Stammer.

Temperatur in Graden Celsius	Grade Brix der Lösung												
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	50	60	70	75
	Von der Saccharimeterangabe *abzuziehen*.												
0	0,17	0,30	0,41	0,52	0,62	0,72	0,82	0,92	0,98	1,11	1,22	1,25	1,29
5	0,23	0,30	0,37	0,44	0,52	0,59	0,65	0,72	0,75	0,80	0,88	0,91	0,94
10	0,20	0,26	0,29	0,33	0,36	0,39	0,42	0,45	0,48	0,50	0,54	0,58	0,61
11	0,18	0,23	0,26	0,28	0,31	0,34	0,36	0,39	0,41	0,43	0,47	0,50	0,53
12	0,16	0,20	0,22	0,24	0,26	0,29	0,31	0,33	0,34	0,36	0,40	0,42	0,46
13	0,14	0,18	0,19	0,21	0,22	0,24	0,26	0,27	0,28	0,29	0,33	0,35	0,39
14	0,12	0,15	0,16	0,17	0,18	0,19	0,21	0,22	0,22	0,23	0,26	0,28	0,32
15	0,09	0,11	0,12	0,14	0,14	0,15	0,16	0,17	0,16	0,17	0,19	0,21	0,25
16	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10	0,10	0,11	0,12	0,12	0,12	0,14	0,16	0,18
17	0,02	0,03	0,03	0,03	0,03	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,05	0,05	0,06
	Zu der Saccharimeterangabe *zuzulegen*.												
18	0,02	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,02
19	0,06	0,08	0,08	0,09	0,09	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,08	0,06
20	0,11	0,14	0,15	0,17	0,17	0,18	0,18	0,18	0,19	0,19	0,18	0,15	0,11
21	0,16	0,20	0,22	0,24	0,24	0,25	0,25	0,25	0,26	0,26	0,25	0,22	0,18
22	0,21	0,26	0,29	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,33	0,34	0,32	0,29	0,25
23	0,27	0,32	0,35	0,37	0,38	0,39	0,39	0,39	0,40	0,42	0,39	0,36	0,33
24	0,32	0,38	0,41	0,43	0,44	0,46	0,46	0,47	0,47	0,50	0,46	0,43	0,40
25	0,37	0,44	0,47	0,49	0,51	0,53	0,54	0,55	0,55	0,58	0,54	0,51	0,48
26	0,43	0,50	0,54	0,56	0,58	0,60	0,61	0,62	0,62	0,66	0,62	0,58	0,55
27	0,49	0,57	0,61	0,63	0,65	0,68	0,68	0,69	0,70	0,74	0,70	0,65	0,62
28	0,56	0,64	0,68	0,70	0,72	0,76	0,76	0,78	0,78	0,82	0,78	0,72	0,70
29	0,63	0,71	0,75	0,78	0,79	0,84	0,84	0,86	0,86	0,90	0,86	0,80	0,78
30	0,70	0,78	0,82	0,87	0,87	0,92	0,92	0,94	0,94	0,98	0,94	0,88	0,86
35	1,10	1,17	1,22	1,24	1,30	1,32	1,33	1,35	1,36	1,39	1,34	1,27	1,25
40	1,50	1,61	1,67	1,71	1,73	1,79	1,79	1,80	1,82	1,83	1,78	1,69	1,65
50	—	2,65	2,71	2,74	2,78	2,80	2,80	2,80	2,80	2,79	2,70	2,56	2,51
60	—	3,87	3,88	3,88	3,88	3,88	3,88	3,88	3,90	3,82	3,70	3,43	3,41
70	—	5,17	5,18	5,20	5,14	5,13	5,10	5,08	5,06	4,90	4,72	4,47	4,35
80	—	—	6,62	6,59	6,54	6,46	6,38	6,30	6,26	6,06	5,82	5,50	5,33
90	—	—	8,26	8,16	8,06	7,97	7,83	7,71	7,58	7,30	6,96	6,58	6,37
100	—	—	10,01	9,87	9,72	9,56	9,39	9,21	9,03	8,64	8,22	7,76	7,42

Ta-

Tabelle der Umrechnung von Graden Brix bei

Abgelesene Prozente	Wärmegrade									
	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
	Wahre Prozente Brix zu nebenstehenden									
20,0	19,5	19,5	19,6	19,6	19,7	19,7	19,8	19,8	19,9	19,9
2	19,7	19,7	19,8	19,8	19,9	19,9	20,0	20,0	20,1	20,1
4	19,9	19,9	20,0	20,0	20,1	20,1	20,2	20,3	20,3	20,3
6	20,1	20,1	20,2	20,2	20,3	20,3	20,4	20,4	20,5	20,5
8	20,3	20,3	20,4	20,4	20,5	20,5	20,6	20,6	20,7	20,7
21,0	20,5	20,5	20,6	20,6	20,7	20,7	20,8	20,8	20,9	20,9
2	20,7	20,7	20,8	20,8	20,9	20,9	21,0	21,0	21,1	21,1
4	20,9	20,9	21,0	21,0	21,1	21,1	21,2	21,2	21,3	21,3
6	21,1	21,1	21,2	21,2	21,3	21,3	21,4	21,4	21,5	21,5
8	21,3	21,3	21,4	21,4	21,5	21,5	21,6	21,6	21,7	21,7
22,0	21,5	21,5	21,6	21,6	21,7	21,7	21,8	21,8	21,9	21,9
2	21,7	21,7	21,8	21,8	21,9	21,9	22,0	22,0	22,1	22,1
4	21,9	21,9	22,0	22,0	22,1	22,1	22,2	22,2	22,3	22,3
6	22,1	22,1	22,2	22,2	22,3	22,3	22,4	22,4	22,5	22,5
8	22,3	22,3	22,4	22,4	22,5	22,5	22,6	22,6	22,7	22,7
23,0	22,5	22,5	22,6	22,6	22,7	22,7	22,8	22,8	22,9	22,9
2	22,7	22,7	22,8	22,8	22,9	22,9	23,0	23,0	23,1	23,1
4	22,9	22,9	23,0	23,0	23,1	23,1	23,2	23,2	23,3	23,3
6	23,1	23,1	23,2	23,2	23,3	23,3	23,4	23,4	23,5	23,5
8	23,3	23,3	23,4	23,4	23,5	23,5	23,6	23,6	23,7	23,7
24,0	23,5	23,5	23,6	23,6	23,7	23,7	23,8	23,8	23,9	23,9
2	23,6	23,7	23,7	23,8	23,8	23,9	24,0	24,0	24,1	24,1
4	23,8	23,9	23,9	24,0	24,0	24,1	24,2	24,2	24,3	24,3
6	24,0	24,1	24,1	24,2	24,2	24,3	24,4	24,4	24,5	24,5
8	24,2	24,3	24,3	24,4	24,4	24,5	24,6	24,6	24,7	24,7
25,0	24,4	24,5	24,5	24,6	24,6	24,7	24,8	24,8	24,9	24,9
2	24,6	24,7	24,7	24,8	24,8	24,9	25,0	25,0	25,1	25,1
4	24,8	24,9	24,9	25,0	25,0	25,1	25,2	25,2	25,3	25,3
6	25,0	25,1	25,1	25,2	25,2	25,3	25,4	25,4	25,5	25,5
8	25,2	25,3	25,3	25,4	25,4	25,5	25,6	25,6	25,7	25,7
26,0	25,4	25,5	25,5	25,6	25,6	25,7	25,8	25,8	25,9	25,9
2	25,6	25,7	25,7	25,8	25,8	25,9	26,0	26,0	26,1	26,1
4	25,8	25,9	25,9	26,0	26,0	26,1	26,2	26,2	26,3	26,3
6	26,0	26,1	26,1	26,2	26,2	26,3	26,4	26,4	26,5	26,5
8	26,2	26,3	26,3	26,4	26,4	26,5	26,6	26,6	26,7	26,7
27,0	26,4	26,5	26,5	26,6	26,6	26,7	26,8	26,8	26,9	26,9
2	26,6	26,7	26,7	26,8	26,8	26,9	27,0	27,0	27,1	27,1
4	26,8	26,9	26,9	27,0	27,0	27,1	27,2	27,2	27,3	27,3
6	27,0	27,1	27,1	27,2	27,2	27,3	27,4	27,4	27,5	27,5
8	27,2	27,3	27,3	27,4	27,4	27,5	27,6	27,6	27,7	27,7

belle II.

verschiedenen Temperaturen auf solche von + 20° C.

Wärmegrade										Abgelesene Prozente
20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
abgelesenen Prozenten und obigen Wärmegraden.										
20,0	20,1	20,1	20,2	20,3	20,3	20,4	20,5	20,5	20,6	20,0
20,2	20,3	20,3	20,4	20,5	20,5	20,6	20,7	20,7	20,8	2
20,4	20,5	20,5	20,6	20,7	20,7	20,8	20,9	20,9	21,0	4
20,6	20,7	20,7	20,8	20,9	20,9	21,0	21,1	21,1	21,2	8
20,8	20,9	20,9	21,0	21,1	21,1	21,2	21,3	21,3	21,4	6
21,0	21,1	21,1	21,2	21,3	21,3	21,4	21,5	21,5	21,6	21,0
21,2	21,3	21,3	21,4	21,5	21,5	21,6	21,7	21,7	21,8	2
21,4	21,5	21,5	21,6	21,7	21,7	21,8	21,9	21,9	22,0	4
21,6	21,7	21,7	21,8	21,9	21,9	22,0	22,1	22,1	22,2	6
21,8	21,9	21,9	22,0	22,1	22,1	22,2	22,3	22,3	22,4	8
22,0	22,1	22,1	22,2	22,3	22,3	22,4	22,5	22,5	22,6	22,0
22,2	22,3	22,3	22,4	22,5	22,5	22,6	22,7	22,7	22,8	2
22,4	22,5	22,5	22,6	22,7	22,7	22,8	22,9	22,9	23,0	4
22,6	22,7	22,7	22,8	22,9	22,9	23,0	23,1	23,1	23,2	6
22,8	22,9	22,9	23,0	23,1	23,1	23,2	23,3	23,3	23,4	8
23,0	23,1	23,1	23,2	23,3	23,3	23,4	23,5	23,6	23,6	23,0
23,2	23,3	23,3	23,4	23,5	23,5	23,6	23,7	23,8	23,8	2
23,4	23,5	23,5	23,6	23,7	23,7	23,8	23,9	24,0	24,0	4
23,6	23,7	23,7	23,8	23.9	23,9	24,0	24,1	24,2	24,2	6
23,8	23,9	23,9	24,0	24,1	24,1	24,2	24,3	24,4	24,4	8
24,0	24,1	24,1	24,2	24,3	24,3	24,4	24,5	24,6	24,6	24,0
24,2	24,3	24,3	24,4	24,5	24,5	24,6	24,7	24,8	24,8	2
24,4	24,5	24,5	24,6	24,7	24,7	24,8	24,9	25,0	25,0	4
24,6	24,7	24,7	24,8	24,9	24,9	25,0	25,1	25,2	25,2	6
24,8	24,9	24,9	25,0	25,1	25,1	25,2	25,3	25,4	25,4	8
25,0	25,1	25,1	25,2	25,3	25,3	25,4	25,5	25,6	25,6	25,0
25,2	25,3	25,3	25,4	25,5	25,5	25,6	25,7	25,8	25,8	2
25,4	25,5	25,5	25,6	25,7	25,7	25,8	25,9	26,0	26,0	4
25,6	25,7	25,7	25,8	25,9	25,9	26,0	26,1	26,2	26,2	6
25,8	25,9	25,9	26,0	26,1	26,1	26,2	26,3	26,4	26,4	8
26,0	26,1	26,1	26,2	26,3	26,3	26,4	26,5	26,6	26,6	26,0
26,2	26,3	26,3	26,4	26,5	26,5	26,6	26,7	26,8	26,8	2
26,4	26,5	26,5	26,6	26,7	26,7	26,8	26,9	27,0	27,0	4
26,6	26,7	26,7	26,8	26,9	26,9	27,0	27,1	27,2	27,2	6
26,8	26,9	26,9	27,0	27,1	27,1	27,2	27,3	27,4	27,4	8
27,0	27,1	27,1	27,2	27,3	27,3	27,4	27,5	27,6	27,6	27,0
27,2	27,3	27,3	27,4	27,5	27,5	27,6	27,7	27,8	27,8	2
27,4	27,5	27,5	27,6	27,7	27,7	27,8	27,9	28,0	28,0	4
27,6	27,7	27,7	27,8	27,9	27,9	28,0	28,1	28,2	28,2	6
27,8	27,9	27,9	28,0	28,1	28,1	28,2	28,3	28,4	28,4	8

Abgelesene Prozente	Wärmegrade 10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
	Wahre Prozente Brix zu nebenstehenden									
28,0	27,4	27,5	27,5	27,6	27,6	27,7	27,7	27,8	27,9	27,9
2	27,6	27,7	27,7	27,8	27,8	27,9	27,9	28,0	28,1	28,1
4	27,8	27,9	27,9	28,0	28,0	28,1	28,1	28,2	28,3	28,3
6	28,0	28,1	28,1	28,2	28,2	28,3	28,3	28,4	28,5	28,5
8	28,2	28,3	28,3	28,4	28,4	28,5	28,5	28,6	28,7	28,7
29,0	28,4	28,5	28,5	28,6	28,6	28,7	28,7	28,8	28,9	28,9
2	28,6	28,7	28,7	28,8	28,8	28,9	28,9	29,0	29,1	29,1
4	28,8	28,9	28,9	29,0	29,0	29,1	29,1	29,2	29,3	29,3
6	29,0	29,1	29,1	29,2	29,2	29,3	29,3	29,4	29,5	29,5
8	29,2	29,3	29,3	29,4	29,4	29,5	29,5	29,6	29,7	29,7
30,0	29,4	29,5	29,5	29,6	29,6	29,7	29,7	29,8	29,9	29,9
2	29,6	29,7	29,7	29,8	29,8	29,9	29,9	30,0	30,1	30,1
4	29,8	29,9	29,9	30,0	30,0	30,1	30,1	30,2	30,3	30,3
6	30,0	30,1	30,1	30,2	30,2	30,3	30,3	30,4	30,5	30,5
8	30,2	30,3	30,3	30,4	30,4	30,5	30,5	30,6	30,7	30,7
31,0	30,4	30,4	30,5	30,6	30,6	30,7	30,7	30,8	30,9	30,9
2	30,6	30,6	30,7	30,8	30,8	30,9	30,9	31,0	31,1	31,1
4	30,8	30,8	30,9	31,0	31,0	31,1	31,1	31,2	31,3	31,3
6	31,0	31,0	31,1	31,2	31,2	31,3	31,3	31,4	31,5	31,5
8	31,2	31,2	31,3	31,4	31,4	31,5	31,5	31,6	31,7	31,7
32,0	31,4	31,4	31,5	31,6	31,6	31,7	31,7	31,8	31,9	31,9
2	31,6	31,6	31,7	31,8	31,8	31,9	31,9	32,0	32,1	32,1
4	31,8	31,8	31,9	32,0	32,0	32,1	32,1	32,2	32,3	32,3
6	32,0	32,0	32,1	32,2	32,2	32,3	32,3	32,4	32,5	32,5
8	32,2	32,2	32,3	32,4	32,4	32,5	32,5	32,6	32,7	32,7
33,0	32,4	32,4	32,5	32,6	32,6	32,7	32,7	32,8	32,9	32,9
2	32,6	32,6	32,7	32,8	32,8	32,9	32,9	33,0	33,1	33,1
4	32,8	32,8	32,9	33,0	33,0	33,1	33,1	33,2	33,3	33,3
6	33,0	33,0	33,1	33,2	33,2	33,3	33,3	33,4	33,5	33,5
8	33,2	33,2	33,3	33,4	33,4	33,5	33,5	33,6	33,7	33,7
34,0	33,4	33,4	33,5	33,5	33,6	33,7	33,7	33,8	33,9	33,9
2	33,6	33,6	33,7	33,7	33,8	33,9	33,9	34,0	34,1	34,1
4	33,8	33,8	33,9	33,9	34,0	34,1	34,1	34,2	34,3	34,3
6	34,0	34,0	34,1	34,1	34,2	34,3	34,3	34,4	34,5	34,5
8	34,2	34,2	34,3	34,3	34,4	34,5	34,5	34,6	34,7	34,7
35,0	34,4	34,4	34,5	34,5	34,6	34,7	34,7	34,8	34,9	34,9
2	34,6	34,6	34,7	34,7	34,8	34,9	34,9	35,0	35,1	35,1
4	34,8	34,8	34,9	34,9	35,0	35,1	35,1	35,2	35,3	35,3
6	35,0	35,0	35,1	35,1	35,2	35,3	35,3	35,4	35,5	35,5
8	35,2	35,2	35,3	35,3	35,4	35,5	35,5	35,6	35,7	35,7

Wärmegrade										Abgelesene Prozente
20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
abgelesenen Prozenten und obigen Wärmegraden.										
28,0	28,1	28,1	28,2	28,3	28,3	28,4	28,5	28,6	28,7	28,0
28,2	28,3	28,3	28,4	28,5	28,5	28,6	28,7	28,8	28,9	2
28,4	28,5	28,5	28,6	28,7	28,7	28,8	28,9	29,0	29,1	4
28,6	28,7	28,7	28,8	28,9	28,9	29,0	29,1	29,2	29,3	6
28,8	28,9	28,9	29,0	29,1	29,1	29,2	29,3	29,4	29,5	8
29,0	29,1	29,1	29,2	29,3	29,3	29,4	29,5	29,6	29,7	29,0
29,2	29,3	29,3	29,4	29,5	29,5	29,6	29,7	29,8	29,9	2
29,4	29,5	29,5	29,6	29,7	29,7	29,8	29,9	30,0	30,1	4
29,6	29,7	29,7	29,8	29,9	29,9	30,0	30,1	30,2	30,3	6
29,8	29,9	29,9	30,0	30,1	30,1	30,2	30,3	30,4	30,5	8
30,0	30,1	30,1	30,2	30,3	30,3	30,4	30,5	30,6	30,7	30,0
30,2	30,3	30,3	30,4	30,5	30,5	30,6	30,7	30,8	30,9	2
30,4	30,5	30,5	30,6	30,7	30,7	30,8	30,9	31,0	31,1	4
30,6	30,7	30,7	30,8	30,9	30,9	31,0	31,1	31,2	31,3	6
30,8	30,9	30,9	31,0	31,1	31,1	31,2	31,3	31,4	31,5	8
31,0	31,1	31,1	31,2	31,3	31,3	31,4	31,5	31,6	31,7	31,0
31,2	31,3	31,3	31,4	31,5	31,5	31,6	31,7	31,8	31,9	2
31,4	31,5	31,5	31,6	31,7	31,7	31,8	31,9	32,0	32,1	4
31,6	31,7	31,7	31,8	31,9	31,9	32,0	32,1	32,2	32,3	6
31,8	31,9	31,9	32,0	32,1	32,1	32,2	32,3	32,4	32,5	8
32,0	32,1	32,1	32,2	32,3	32,3	32,4	32,5	32,6	32,7	32,0
32,2	32,3	32,3	32,4	32,5	32,6	32,6	32,7	32,8	32,9	2
32,4	32,5	32,5	32,6	32,7	32,8	32,8	32,9	33,0	33,1	4
32,6	32,7	32,7	32,8	32,9	33,0	33,0	33,1	33,2	33,3	6
32,8	32,9	32,9	33,0	33,1	33,2	33,2	33,3	33,4	33,5	8
33,0	33,1	33,1	33,2	33,3	33,4	33,4	33,5	33,6	33,7	33,0
33,2	33,3	33,3	33,4	33,5	33,6	33,6	33,7	33,8	33,9	2
33,4	33,5	33,5	33,6	33,7	33,8	33,8	33,9	34,0	34,1	4
33,6	33,7	33,7	33,8	33,9	34,0	34,0	34,1	34,2	34,3	6
33,8	33,9	33,9	34,0	34,1	34,2	34,2	34,3	34,4	34,5	8
34,0	34,1	34,1	34,2	34,3	34,4	34,4	34,5	34,6	34,7	34,0
34,2	34,3	34,3	34,4	34,5	34,6	34,6	34,7	34,8	34,9	2
34,4	34,5	34,5	34,6	34,7	34,8	34,8	34,9	35,0	35,1	4
34,6	34,7	34,7	34,8	34,9	35,0	35,0	35,1	35,2	35,3	6
34,8	34,9	34,9	35,0	35,1	35,2	35,2	35,3	35,4	35,5	8
35,0	35,1	35,1	35,2	35,3	35,4	35,4	35,5	35,6	35,7	35,0
35,2	35,3	35,3	35,4	35,5	36,6	35,6	35,7	35,8	35,9	2
35,4	35,5	35,5	35,6	35,7	35,8	35,8	35,9	36,0	36,1	4
35,6	35,7	35,7	35,8	35,9	36,0	36,0	36,1	36,2	36,3	6
35,8	35,9	35,9	36,0	36,1	36,2	36,2	36,3	36,4	36,5	8

Abgelesene Prozente	Wärmegrade									
	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
	Wahre Prozente Brix zu nebenstehenden									
36,0	35,4	35,4	35,5	35,5	35,6	35,7	35,7	35,8	35,9	35,9
2	35,6	35,6	35,7	35,7	35,8	35,9	35,9	36,0	36,1	36,1
4	35,8	35,8	35,9	35,9	36,0	36,1	36,1	36,2	36,3	36,3
6	36,0	36,0	36,1	36,1	36,2	36,3	36,3	36,4	36,5	36,5
8	36,2	36,2	36,3	36,3	36,4	36,5	36,5	36,6	36,7	36,7
37,0	36,4	36,4	36,5	36,5	36,6	36,7	36,7	36,8	36,9	36,9
2	36,5	36,6	36,7	36,7	36,8	36,9	36,9	37,0	37,1	37,1
4	36,7	36,8	36,9	36,9	37,0	37,1	37,1	37,2	37,3	37,3
6	36,9	37,0	37,1	37,1	37,2	37,3	37,3	37,4	37,5	37,5
8	37,1	37,2	37,3	37,3	37,4	37,5	37,5	37,6	37,7	37,7
38,0	37,3	37,4	37,5	37,5	37,6	37,7	37,7	37,8	37,9	37,9
2	37,5	37,6	37,7	37,7	37,8	37,9	37,9	38,0	38,1	38,1
4	37,7	37,8	37,9	37,9	38,0	38,1	38,1	38,2	38,3	38,3
6	37,9	38,0	38,1	38,1	38,2	38,3	38,3	38,4	38,5	38,5
8	38,1	38,2	38,3	38,3	38,4	38,5	38,5	38,6	38,7	38,7
39,0	38,3	38,4	38,5	38,5	38,6	38,7	38,7	38,8	38,9	38,9
2	38,5	38,6	38,7	38,7	38,8	38,9	38,9	39,0	39,1	39,1
4	38,7	38,8	38,9	38,9	39,0	39,1	39,1	39,2	39,3	39,3
6	38,9	39,0	39,1	39,1	39,2	39,3	39,3	39,4	39,5	39,5
8	39,1	39,2	39,3	39,3	39,4	39,5	39,5	39,6	39,7	39,7
40,0	39,3	39,4	39,5	39,5	39,6	39,7	39,7	39,8	39,9	39,9
2	39,5	39,6	39,7	39,7	39,8	39,9	39,9	40,0	40,1	40,1
4	39,7	39,8	39,9	39,9	40,0	40,1	40,1	40,2	40,3	40,3
6	39,9	40,0	40,1	40,1	40,2	40,3	40,3	40,4	40,5	40,5
8	40,1	40,2	40,3	40,3	40,4	40,5	40,5	40,6	40,7	40,7
41,0	40,3	40,4	40,5	40,5	40,6	40,7	40,7	40,8	40,9	40,9
2	40,5	40,6	40,7	40,7	40,8	40,9	40,9	41,0	40,1	40,1
4	40,7	40,8	40,9	40,9	41,0	41,1	41,1	41,2	41,3	41,3
6	40,9	41,0	41,0	41,1	41,2	41,3	41,3	41,4	41,5	41,5
8	41,1	41,2	41,2	41,3	41,4	41,5	41,5	41,6	41,7	41,7
42,0	41,3	41,4	41,4	41,5	41,6	41,7	41,7	41,8	41,9	41,9
2	41,5	41,6	41,6	41,7	41,8	41,9	41,9	42,0	42,1	42,1
4	41,7	41,8	41,8	41,9	42,0	42,1	42,1	42,2	42,3	42,3
6	41,9	42,0	42,0	42,1	42,2	42,3	42,3	42,4	42,5	42,5
8	42,1	42,2	42,2	42,3	42,4	42,5	42,5	42,6	42,7	42,7

Wärmegrade										Abgelesene Prozente
20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
abgelesenen Prozenten und obigen Wärmegraden.										
36,0	36,1	36,1	36,2	36,3	36,4	36,4	36,5	36,6	36,7	36,0
36,2	36,3	36,3	36,4	36,5	36,6	36,6	36,7	36,8	36,9	2
36,4	36,5	36,5	36,6	36,7	36,8	36,8	36,9	37,0	37,1	4
36,6	36,7	36,7	36,8	36,9	37,0	37,0	37,1	37,2	37,3	6
36,8	36,9	36,9	37,0	37,1	37,2	37,2	37,3	37,4	37,5	8
37,0	37,1	37,1	37,2	37,3	37,4	37,4	37,5	37,6	37,7	37,0
37,2	37,3	37,3	37,4	37,5	37,6	37,6	37,7	37,8	37,9	2
37,4	37,5	37,5	37,6	37,7	37,8	37,8	37,9	38,0	38,1	4
37,6	37,7	37,7	37,8	37,9	38,0	38,0	38,1	38,2	38,3	6
37,8	37,9	37,9	38,0	38,1	38,2	38,2	38,3	38,4	38,5	8
38,0	38,1	38,1	38,2	38,3	38,4	38,5	38,5	38,6	38,7	38,0
38,2	38,3	38,3	38,4	38,5	38,6	38,7	38,7	38,8	38,9	2
38,4	38,5	38,5	38,6	38,7	38,8	38,9	38,9	39,0	39,1	4
38,6	38,7	38,7	38,8	38,9	39,0	39,1	39,1	39,2	39,3	6
38,8	38,9	38,9	39,0	39,1	39,2	39,3	39,3	39,4	39,5	8
39,0	39,1	39,1	39,2	39,3	39,4	39,5	39,5	39,6	39,7	39,0
39,2	39,3	39,3	39,4	39,5	39,6	39,7	39,7	39,8	39,9	2
39,4	39,5	39,5	39,6	39,7	39,8	39,9	39,9	40,0	40,1	4
39,6	39,7	39,7	39,8	39,9	40,0	40,1	40,1	40,2	40,3	6
39,8	39,9	39,9	40,0	40,1	40,2	40,3	40,3	40,4	40,5	8
40,0	40,1	40,1	40,2	40,3	40,4	40,5	40,5	40,6	40,7	40,0
40,2	40,3	40,3	40,4	40,5	40,6	40,7	40,7	40,8	40,9	2
40,4	40,5	40,5	40,6	40,7	40,8	40,9	40,9	41,0	41,1	4
40,6	40,7	40,7	40,8	40,9	41,0	41,1	41,1	41,2	41,3	6
40,8	40,9	40,9	41,0	41,1	41,2	41,3	41,3	41,4	41,5	8
41,0	41,1	41,1	41,2	41,3	41,4	41,5	41,5	41,6	41,7	41,0
41,2	41,3	41,3	41,4	41,5	41,6	41,7	41,7	41,8	41,9	2
41,4	41,5	41,5	41,6	41,7	41,8	41,9	41,9	42,0	42,1	4
41,6	41,7	41,7	41,8	41,9	42,0	42,1	42,1	42,2	42,3	6
41,8	41,9	41,9	42,0	42,1	42,2	42,3	42,3	42,4	42,5	8
42,0	42,1	42,1	42,2	42,3	42,4	42,5	42,5	42,6	42,7	42,0
42,2	42,3	42,3	42,4	42,5	42,6	42,7	42,7	42,8	42,9	2
42,4	42,5	42,5	42,6	42,7	42,8	42,9	42,9	43,0	43,1	4
42,6	42,7	42,7	42,8	42,9	43,0	43,1	43,1	43,2	43,3	6
42,8	42,9	42,9	43,0	43,1	43,2	43,3	43,3	43,4	43,5	8

Abgelesene Prozente	Wärmegrade									
	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
	Wahre Prozente Brix zu nebenstehenden									
43,0	42,3	42,4	42,4	42,5	42,6	42,7	42,7	42,8	42,9	42,9
2	42,5	42,6	42,6	42,7	42,8	42,9	42,9	43,0	43,1	43,1
4	42,7	42,8	42,8	42,9	43,0	43,1	43,1	43,2	43,3	43,3
6	42,9	43,0	43,0	43,1	43,2	43,3	43,3	43,4	43,5	43,5
8	43,1	43,2	43,2	43,3	43,4	43,5	43,5	43,6	43,7	43,7
44,0	43,3	43,4	43,4	43,5	43,6	43,7	43,7	43,8	43,9	43,9
2	43,5	43,6	43,6	43,7	43,8	43,9	43,9	44,0	44,1	44,1
4	43,7	43,8	43,8	43,9	44,0	44,1	44,1	44,2	44,3	44,3
6	43,9	44,0	44,0	44,1	44,2	44,3	44,3	44,4	44,5	44,5
8	44,1	44,2	44,2	44,3	44,4	44,5	44,5	44,6	44,7	44,7
45,0	44,3	44,4	44,4	44,5	44,6	44,6	44,7	44,8	44,9	44,9
2	44,5	44,6	44,6	44,7	44,8	44,8	44,9	45,0	45,1	45,1
4	44,7	44,8	44,8	44,9	45,0	45,0	45,1	45,2	45,3	45,3
6	44,9	45,0	45,0	45.1	45,2	45,2	45,3	45,4	45,5	45,5
8	45,1	45,2	45,2	45,3	45,4	45,4	45,5	45,6	45,7	45,7
46,0	45,3	45,4	45,4	45,5	45,6	45,6	45,7	45,8	45,9	45,9
2	45,5	45,6	45,6	45,7	45,8	45,8	45,9	46,0	46,1	46,1
4	45,7	45,8	45,8	45,9	46,0	46,0	46,1	46,2	46,3	46,3
6	45,9	46,0	46,0	46,1	46.2	46,2	46,3	46,4	46,5	46,5
8	46,1	46,2	46,2	46,3	46,4	46,4	46,5	46,6	46,7	46,7
47,0	46,3	46,4	46,4	46,5	46,6	46,6	46,7	46,8	46,9	46,9
2	46,5	46,6	46,6	46,7	46,8	46,8	46,9	47,0	47,1	47,1
4	46,7	46,8	46,8	46,9	47,0	47,0	47,1	47,2	47,3	47,3
6	46,9	47,0	47,0	47,1	47,2	47,2	47,3	47,4	47,5	47,5
8	47,1	47,2	47,2	47,3	47,4	47,4	47,5	47,6	47,7	47,7
48,0	47,3	47,4	47,4	47,5	47,6	47,6	47,7	47,8	47,9	47.9
2	47,5	47,6	47,6	47,7	47,8	47,8	47,9	48,0	48,1	48,1
4	47,7	47,8	47,8	47,9	48.0	48,0	48,1	48.2	48,3	48,3
6	47,9	48,0	48,0	48,1	48,2	48,2	48,3	48,4	48,5	48,5
8	48,1	48,2	48,2	48,3	48,4	48,4	48,5	48,6	48,7	48,7
49,0	48,3	48,4	48.4	48,5	48,6	48,6	48,7	48,8	48,9	48,9
2	48,5	48,6	48,6	48,7	48,8	48,8	48,9	49,0	49,1	49,1
4	48,7	48,8	48,8	48,9	49,0	49,0	49,1	49,2	49,3	49.3
6	48,9	49,0	49,0	49,1	49,2	49,2	49,3	49,4	49,5	49,5
8	49,1	49,2	49,2	49,3	49,4	49,4	49,5	49,6	49,7	49,7
50,0	49,3	49,4	49,4	49,5	49,6	49,6	49,7	49,8	49,9	49,9

abgelesenen Prozenten und obigen Wärmegraden.

Wärmegrade										Abgelesene Prozente
20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
43,0	43,1	43,1	43,2	43,3	43,4	43,5	43,5	43,6	43,7	43,0
43,2	43,3	43,3	43,4	43,5	43,6	43,7	43,7	43,8	43,9	2
43,4	43,5	43,5	43,6	43,7	43,8	43,9	43,9	44,0	44,1	4
43,6	43,7	43,7	43,8	43,9	44,0	44,1	44,1	44,2	44,3	6
43,8	43,9	43,9	44,0	44,1	44,2	44,3	44,3	44,4	44,5	8
44,0	44,1	44,1	44,2	44,3	44,4	44,5	44,5	44,6	44,7	44,0
44,2	44,3	44,3	44,4	44,5	44,6	44,7	44,7	44,8	44,9	2
44,4	44,5	44,5	44,6	44,7	44,8	44,9	44,9	45,0	45,1	4
44,6	44,7	44,7	44,8	44,9	45,0	45,1	45,1	45,2	45,3	6
44,8	44,9	44,9	45,0	45,1	45,2	45,3	45,3	45,4	45,5	8
45,0	45,1	45,1	45,2	45,3	45,4	45,5	45,5	45,6	45,7	45,0
45,2	45,3	45,3	45,4	45,5	45,6	45,7	45,7	45,8	45,9	2
45,4	45,5	45,5	45,6	45,7	45,8	45,9	45,9	46,0	46,1	4
45,6	45,7	45,7	45,8	45,9	46,0	46,1	46,1	46,2	46,3	6
45,8	45,9	45,9	46,0	46,1	46,2	46,3	46,3	46,4	46,5	8
46,0	46,1	46,1	46,2	46,3	46,4	46,5	46,5	46,6	46,7	46,0
46,2	46,3	46,3	46,4	46,5	46,6	46,7	46,7	46,8	46,9	2
46,4	46,5	46,5	46,6	46,7	46,8	46,9	46,9	47,0	47,1	4
46,6	46,7	46,7	46,8	46,9	47,0	47,1	47,1	47,2	47,3	6
46,8	46,9	46,9	47,0	47,1	47,2	47,3	47,3	47,4	47,5	8
47,0	47,1	47,1	47,2	47,3	47,4	47,5	47,5	47,6	47,7	47,0
47,2	47,3	47,3	47,4	47,5	47,6	47,7	47,7	47,8	47,9	2
47,4	47,5	47,5	47,6	47,7	47,8	47,9	47,9	48,0	48,1	4
47,6	47,7	47,7	47,8	47,9	48,0	48,1	48,1	48,2	48,3	6
47,8	47,9	47,9	48,0	48,1	48,2	48,3	48,3	48,4	48,5	8
48,0	48,1	48,1	48,2	48,3	48,4	48,5	48,5	48,6	48,7	48,0
48,2	48,3	48,3	48,4	48,5	48,6	48,7	48,7	48,8	48,9	2
48,4	48,5	48,5	48,6	48,7	48,8	48,9	48,9	49,0	49,1	4
48,6	48,7	48,7	48,8	48,9	49,0	49,1	49,1	49,2	49,3	6
48,8	48,9	48,9	49,0	49,1	49,2	49,3	49,3	49,4	49,5	8
49,0	49,1	49,1	49,2	49,3	49,4	49,5	49,5	49,6	49,7	49,0
49,2	49,3	49,3	49,4	49,5	49,6	49,7	49,7	49,8	49,9	2
49,4	49,5	49,5	49,6	49,7	49,8	49,9	49,9	50,0	50,1	4
49,6	49,7	49,7	49,8	49,9	50,0	50,1	50,1	50,2	50,3	6
49,8	49,9	49,9	50,0	50,1	50,2	50,3	50,3	50,4	50,5	8
50,0	50,1	50,2	50,2	50,3	50,4	50,5	50,5	50,6	50,7	50,0

Je nach der Art der zu spindelnden Flüssigkeit und nach der Konzentration derselben ist das Verhältnis der Korrektionsgrade zueinander ein verschiedenes, denn, wie bekannt, werden nicht nur die einzelnen Flüssigkeiten durch die Wärme in verschiedener Weise ausgedehnt, sondern die Ausdehnung ist auch je nach den Konzentrationsgraden eine andere. Aus diesem Grunde müssen die Skalen für jede Spindel besonders auf Grund der vorhandenen Tabellen, empirisch eingeteilt werden.

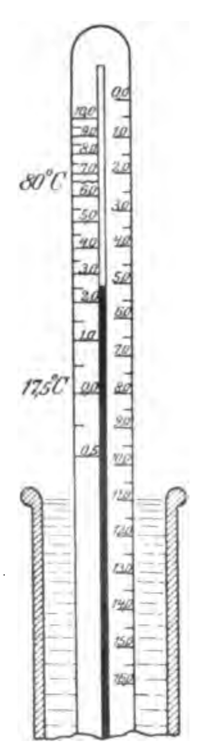
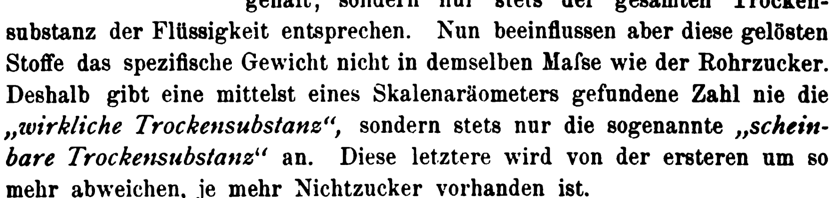


Fig. 32. Spindel nach Volquartz.

Um die Stellung des Thermometerfadens gegenüber der Korrektionsskala jederzeit auf ihre Richtigkeit prüfen zu können, sind zwei Punkte — 17,5° und 80° C. — fixiert. Diese Punkte werden mit der Anzeige eines richtig gehenden Thermometers verglichen.

Die **Brix**'schen Spindeln sind verbesserte **Balling**-Spindeln. Letzterer Forscher bestimmte die Skala seiner Instrumente durch Einsenken in *reine* Zuckerlösungen bekannter Konzentration. Durch **Brix-Gerlach** wurde diese Skala nur einer sorgfältigen Berechnung und Kontrolle unterzogen. Die zwischen den beiden Skalen herrschenden Differenzen sind für die Technik ohne Bedeutung. Aus diesem Grunde kann obige Korrektionstabelle ohne weiteres auch für **Balling**-Grade benutzt werden.

Wie schon hervorgehoben wurde, geben diese Apparate richtige Resultate nur für *reine* Zuckerlösungen. Bei Fabriksprodukten wird man jedoch fast nie mit reinen Lösungen arbeiten, sondern werden letztere stets anorganische und organische Substanzen (Nichtzucker) enthalten, welche alle auf das spezifische Gewicht einwirken. Deshalb werden auch die gefundenen *„Grade Brix"* nicht dem wirklichen Zuckergehalt, sondern nur stets der gesamten Trocken-


substanz der Flüssigkeit entsprechen. Nun beeinflussen aber diese gelösten Stoffe das spezifische Gewicht nicht in demselben Maſse wie der Rohrzucker. Deshalb gibt eine mittelst eines Skalenaräometers gefundene Zahl nie die *„wirkliche Trockensubstanz"*, sondern stets nur die sogenannte *„scheinbare Trockensubstanz"* an. Diese letztere wird von der ersteren um so mehr abweichen, je mehr Nichtzucker vorhanden ist.

Vielfach wird noch für manche Produkte, z. B. Melassen, die Angabe der Grade **Baumé** verlangt. Auch wird die **Baumé**-Spindel noch ziemlich viel in Zuckerfabriken benutzt, trotzdem man aus deren Angaben nur

durch Zuhilfenahme von Tabellen den Zuckergehalt ersehen kann. Die Skala des Baumé-Instrumentes ist keine rationelle, sondern eine *empyrische*. Diese Skala wurde folgendermaſsen aufgestellt. Der Punkt, bis zu welchem die stark belastete Spindel in Wasser von Zimmertemperatur einsank, wurde der Nullpunkt. Dann senkte man dieselbe z. B. in eine 15 prozentige Kochsalzlösung und erhielt so den Punkt 15. Die Entfernung zwischen den beiden Punkten wurde in 15 Teile geteilt und die Skala nach oben und unten fortgesetzt. Erstere Instrumente wurden für Flüssigkeiten, welche leichter als Wasser sind, die letzteren für schwerere Lösungen benutzt. Wie schon hieraus hervorgeht, hat das Aräometer absolut nichts mit Zuckerlösungen zu thun, und es wäre wohl am besten, dasselbe für den Gebrauch in Zuckerfabriken auszuschlieſsen. Man unterscheidet „alte" und „neue" Grade Baumé, von denen die letzteren, auf Grund von Gerlach's Umrechnungsformel von Mategczek und Scheibler berechnet, den Vorzug der Richtigkeit haben. In den später folgenden Tabellen werden sowohl „alte" als auch „neue" Baumé-Grade berücksichtigt.

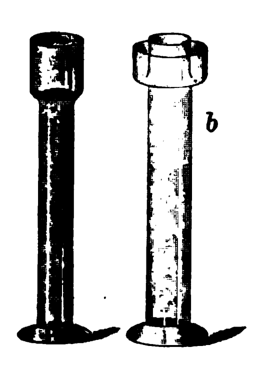


Fig. 33. Zylinder für aräometrische Bestimmungen.

Je dünner die Spindel eines Aräometers ist, desto gröſser ist die Genauigkeit desselben. Die Abstände zwischen den Teilstrichen der Skala werden hierdurch gröſser und somit auch die Sicherheit der Ablesungen.

Die Spindelungen nimmt man in ca. 40 bis 50 cm hohen Glaszylindern vor (Fig. 33), so daſs das Aräometer selbst bei tiefstem Stande nicht den Boden derselben berühren kann. Daſs sowohl Spindel wie auch der zu benutzende Zylinder absolut rein und trocken sein müssen, ist selbstverständlich. Hat man hintereinander mehrere Bestimmungen auszuführen, so muſs sowohl Spindel wie Zylinder vor jeder neuen Bestimmung gut gereinigt und abgetrocknet werden.

Die Zylinder werden mit der zu spindelnden Flüssigkeit so weit angefüllt, daſs sie bei dem Einsenken des Instrumentes nicht überlaufen. Sehr angenehm für diese Zwecke sind die mit einem Überlaufgefäſs versehenen von Winter konstruierten Zylinder (Fig. 33 b). Die überlaufende Lösung sammelt sich in dem Überlaufgefäſs, wodurch Verunreinigungen des Arbeitstisches usw. nicht möglich sind.

Will man eine aräometrische Bestimmung ausführen, so hat man zuerst dafür zu sorgen, daſs der Zylinder, in welchem sich die zu spindelnde Lösung befindet, vollkommen senkrecht steht. Um dies zu erreichen, bedient man sich des sogenannten *Adjustiertisches*. Es ist dies eine ebene Metallplatte, welche vermittelst dreier Stellschrauben in eine genaue hori-

zontale Lage gebracht werden kann. Es läfst sich das sehr leicht mit einer kleinen Dosenlibelle (Wasserwage) ermöglichen. Darauf stellt man den Zylinder auf die Platte und senkt die Spindel, welche nun senkrecht in der Mitte der Flüssigkeit schwimmen mufs, vorsichtig ein. Dieses Einsenken mufs sehr langsam und vorsichtig geschehen, damit der herausragende Teil der dünnen Röhre nicht benetzt wird. Steht das Aräometer dann ruhig in der Lösung, so liest man den Betrag in der Weise ab, dafs sich das Auge des Beobachters mit der Oberfläche der Flüssigkeit in gleicher Höhe befindet.

Infolge der Adhäsion zieht sich stets eine geringe Menge Flüssigkeit an der Spindel hinauf, wie dies in Fig. 35 abgebildet ist.

In dieser Figur, welche mit Absicht etwas übertrieben ist, zeigt die Skala 6° Brix an, während man, wenn man am Ende der adhärierenden Lösung ablesen wollte, 6,1° Brix erhält.



Fig. 34. Spindel mit Zylinder und Adjustiertisch.

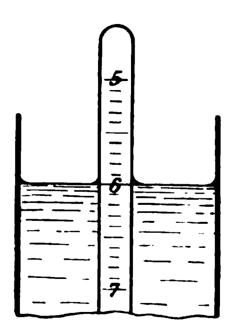


Fig. 35. Schematische Darstellung der Adhäsion.

Wie schon oben hervorgehoben wurde, mufs die Spindel frei in der Mitte des Zylinders schweben und darf nicht an der inneren Wand desselben anliegen. Deshalb wähle man die für die Spindelung zu benutzenden Zylinder lieber etwas zu weit als zu eng.

Bestimmung des spezifischen Gewichts vermittelst der hydrostatischen Wage.

Taucht man einen Körper, z. B. einen graden Zylinder mit wagerechten Endflächen, unter eine Flüssigkeit, so erleidet jedes Teilchen seiner

Oberfläche einen seiner Tiefe entsprechenden Druck. Die auf die Seitenflächen wirkenden wagerechten Druckkräfte, welche paarweise einander gleich und entgegengesetzt sind, heben sich gegenseitig auf; dagegen ist der Druck, welcher auf die untere Endfläche nach aufwärts wirkt, gröfser als der Druck, den die obere Endfläche nach abwärts erleidet; jener ist nämlich gleich dem Gewicht einer Flüssigkeitssäule, welche sich von der unteren, dieser gleich dem Gewicht einer Säule, welche sich von der oberen Fläche bis zum Spiegel erhebt. Es bleibt also noch ein nach aufwärts gerichteter Druck übrig, der dem Überschufs des ersteren Gewichtes über das letztere oder, was dasselbe ist, dem Gewichte einer Flüssigkeitssäule gleichkommt, welche denselben Raum einnimmt, wie der untergetauchte Körper. Dieser nach aufwärts gerichtete Druck wirkt dem Gewichte des Körpers entgegen und läfst denselben daher um so viel leichter erscheinen. Wir kommen hiermit zu dem *Archimedischen Prinzip:*



Fig. 36. Hydrostatische Wage.

Ein in eine Flüssigkeit getauchter Körper verliert durch den Druck der umgebenden Flüssigkeit so viel von seinem Gewicht, als das Gewicht der von ihm verdrängten Flüssigkeitsmenge beträgt. Um diesen Satz, welcher übrigens nicht nur für zylindrische, sondern ganz allgemein für beliebig gestaltete Körper gilt, durch einen Versuch zu bestätigen, bedient man sich der *hydrostatischen Wage,* d. h. einer Wage, deren eine Schale unten mit einem Häkchen versehen und kürzer aufgehängt ist (Fig. 36), um ein Gefäfs mit der zu untersuchenden Flüssigkeit darunter stellen zu können; an das Häkchen wird mittelst eines feinen Platindrahtes ein Metallzylinder gehängt und auf die Wagschale stellt man einen Hohlzylinder, welcher von dem Metallzylinder genau ausgefüllt wird; während dieser frei in der Luft schwebt, bringt man die Wage durch Gewichte, welche man auf die andere Schale legt, genau ins Gleichgewicht. Taucht man nun den Zylinder in das Wasser eines untergestellten Gefäfses, so verliert er an Gewicht und die kürzere Wagschale steigt; das Gleichgewicht stellt sich aber vollkommen wieder her, wenn man den auf der Wage stehenden Hohlzylinder bis zum Rande mit Wasser füllt. Man sieht also, dafs der Gewichtsverlust des untergetauchten Körpers durch das Gewicht einer Flüssigkeitsmenge von gleichem Rauminhalt aufgewogen wird.

Auf dieses Prinzip gründet sich die Anwendung der hydrostatischen Wage zur Bestimmung des spezifischen Gewichtes von Flüssigkeiten.

In der Technik wird hierzu die Mohr-Westphal'sche hydrostatische Wage benutzt. Die Konstruktion derselben veranschaulicht Fig. 37, welche in der Reimann'schen Ausführung und mit dem Reimann'schen Senkkörper versehen jetzt allgemein im Gebrauch ist. Der ungleicharmige Wagebalken liegt im Gleichgewicht, wenn der Senkkörper, an dem Haken aufgehängt, frei in der Luft schwebt. Hierbei ist vorausgesetzt, dass die Wage vollkommen horizontal steht, was mit der Schraube erreicht werden kann. Durch die Reitergewichte kann der nach dem Eintauchen in eine beliebige Flüssigkeit aus dem Gleichgewichte gebrachte Wagebalken wieder

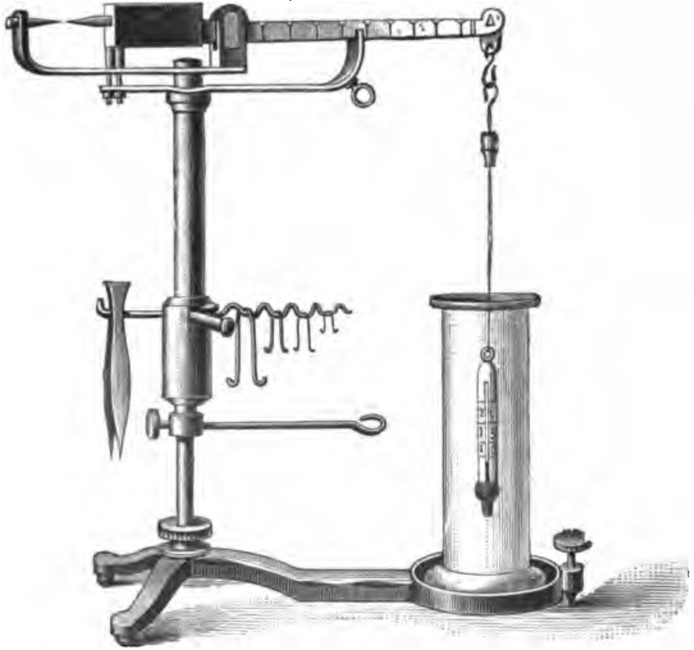


Fig. 37. Mohr-Westphal'sche Wage mit Reimann'schem Senkkörper.

in dasselbe zurück versetzt werden. Von diesen Reitergewichten ist das erste ebenso schwer wie das von dem Senkkörper verdrängte Wasser, das nächste ist $^1/_{10}$, das darauffolgende $^1/_{100}$ und endlich das letzte derselben $^1/_{1000}$ so schwer als das erste. Senkt man nun den Senkkörper in Wasser von $+ 15^0$ C., so nimmt der Wagebalken erst dann seine Gleichgewichtslage wieder ein, wenn auch zugleich der gröfste Reiter an den Haken mit aufgehängt wird, d. h. die Wage gibt das spezifische Gewicht des Wassers bei 15^0 C. gleich 1,000 an. Es ist also nun eine Kleinigkeit, mit Hilfe der verschiedenen Gewichte das spezifische Gewicht jeder beliebigen Flüssigkeit zu ermitteln. Beim Gebrauche der Wage ist darauf zu achten, dafs der Senkkörper

stets so weit in die Flüssigkeit taucht, dafs sich auch noch ein Stück des tragenden Platindrahtes mit in derselben befindet (Fig. 38).

Ursprünglich besafs der Senkkörper weder ein bestimmtes Volumen, noch ein bestimmtes Gewicht. Zerbrach derselbe, so mufste auch die Wage dem neuen Körper entsprechend wieder justiert werden. Alle diese recht unangenehmen Nachteile besitzt der patentierte Reimann'sche Körper nicht. Dieser wird durch sorgfältiges Abschleifen stets in derselben Schwere hergestellt, so dafs man immer leicht einen Ersatz schaffen kann. Reimann stellt den Körper in drei Schweren her, den Eingramm-, den Fünfgramm- und den Zehngrammkörper, welche 1, 5 und 10 g Wasser verdrängen.


Fig. 38. Stellung des Senkkörpers in der Flüssigkeit.

Bestimmung des spezifischen Gewichtes vermittelst des Pyknometers.

Handelt es sich um äufserst genaue Ermittelung des spezifischen Gewichtes, wie es u. a. bei Spindelkontrollierung erforderlich ist, so mufs die Bestimmung desselben vermittelst des Pyknometers erfolgen. Pyknometer sind Glasgefäfse, deren Volumen genau bekannt ist. Wiegt man z. B. ein Pyknometer von genau 50 ccm Inhalt bei bestimmter Temperatur und dann wieder mit der Flüssigkeit gefüllt, deren spezifisches Gewicht bestimmt werden soll, so ist die Differenz dieser Wägungen, durch 50 dividiert, die Zahl für das spezifische Gewicht der untersuchten Substanz auf Wasser gleich 1 bezogen.

Beispiel. Ein 50 ccm Pyknometer wiegt leer 37,785 g, mit Zuckerlösung gefüllt 93,852 g, so ist das spezifische Gewicht derselben

$$\frac{93,852 - 37,785}{50} = 1,1213.$$

Die allgemeine Formel für die Ermittelung des spezifischen Gewichtes vermittelst des Pyknometers ist also

$$\frac{(A + B) - A}{C},$$

worin A das Eigengewicht des Pyknometers, $(A + B)$ das Gewicht des mit der zu untersuchenden Substanz gefüllten Pyknometers und C das Volumen desselben in Grammen bedeutet. Vermittelst dieser Formel läfst sich das spezifische Gewicht für jede beliebige Flüssigkeit berechnen. Bei wissenschaftlich genauen Bestimmungen mufs das so erhaltene rohe spezifische Gewicht noch korrigiert werden. Hierzu benutzt man die Formel[1])

---

[1]) Landolt, Optisches Drehungsvermögen, 2. Aufl., 410.

$$d_t = \frac{FQ_0}{W_0} + \frac{FQ_0}{W_0} \cdot 3\beta\,(t_0 - t) - \frac{\lambda\,(F - W_0)}{W_0},$$

worin W_0 die scheinbare Masse des Wassers in Luft bei der Temperatur t_0,
F die scheinbare Masse der Flüssigkeit in Luft bei der Temperatur t,
Q_0 die Dichte des Wassers bei der Temperatur t_0,
$3\beta = 0{,}000024$ den kubischen Ausdehnungskoeffizienten des Glases,
$\lambda = 0{,}0012$ die Luftdichte,
d_t die Dichte der Flüssigkeit bei der Temperatur t, bezogen auf Wasser von 4^0,

bedeutet. In der Formel ist der erste Summand das rohe, unkorrigierte spezifische Gewicht, der zweite und dritte Summand Korrekturen. Der zweite



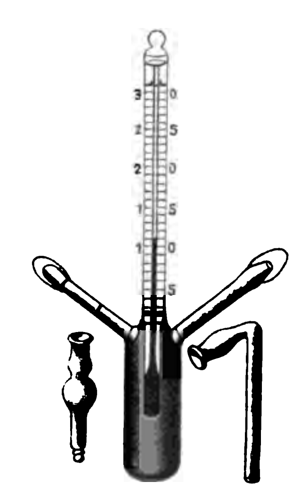




Fig. 39. Gewöhnliches Pyknometer.

Fig. 40. Pyknometer mit Thermometer.

Fig. 41. Pyknometer nach Sprengel

Summand korrigiert die Dichte hinsichtlich der Temperatur und der dritte rührt von der Reduktion der Wägungen auf den luftleeren Raum her.

Die Werte für die Dichte Q_0 des Wassers bei verschiedenen Temperaturen finden sich in der Tabelle III. Ist die Differenz zwischen $t_0 - t$ nur gering, so genügt es, für 3β den mittleren Wert wie oben angegeben, zu setzen. Im übrigen mufs auf die sehr ausführliche Behandlung des Stoffes in Landolts Optischem Drehungsvermögen, 2. Aufl., S. 410 ff. verwiesen werden.

(Siehe Tabelle III, S. 91.)

Als Pyknometer kann man ein 50 ccm Kölbchen benutzen, bei welchem man den Hals etwas über der Marke absprengt. Selbstverständlich mufs es vorher auf seine Richtigkeit geprüft werden. Für genauere Zwecke benutzt man Pyknometer verschiedener Konstruktion. Ein sehr beliebtes

Tabelle III.[1]

Dichte des Wassers bei verschiedenen Temperaturen.

t_0	Q_0	t_0	Q_0	t_0	Q_0
0	0,999 874	18,2	0,998 590	21,1	0,998 001
1	930	3	571	2	0,997 979
2	970	4	552	3	957
3	993	5	533	4	935
4	1,000 000	6	514	5	913
5	0,999 992	7	495	6	890
6	969	8	476	7	868
7	931	9	456	8	846
8	878	19,0	437	9	823
9	812	1	417	22,0	800
10	731	2	397	1	778
11	637	3	377	2	755
12	530	4	357	3	732
13	410	5	337	4	709
14	277	6	317	5	685
15	132	7	296	6	662
16	0,998 976	8	276	7	639
17,0	808	9	255	8	615
1	790	20,0	235	9	592
2	772	1	214	23	568
3	755	2	193	24	326
4	737	3	172	25	073
5	719	4	151	26	0,996 811
6	701	5	130	27	540
7	683	6	109	28	260
8	664	7	087	29	0,995 971
9	646	8	066	30	674
18,0	628	9	044	31	368
1	609	21,0	023		

Instrument besteht aus einem Glasfläschchen mit sorgfältig eingeriebenem Stopfen. Letzterer ist kapillar durchbohrt, so dafs beim Aufsetzen des Glasstopfens die überschüssige Flüssigkeit durch das Kapillarrohr hinausgeprefst wird (Fig. 39). Eine andere Konstruktion zeigt Fig. 40. Es ist dieses Instrument mit einem Thermometer versehen, an welchem man bei gefärbten Lösungen die im Innern desselben herrschende Temperatur ablesen kann. Das Pyknometer wird so angefüllt, dafs die Flüssigkeit bis zu der kleinen Marke in dem seitlichen Rohr reicht. Auf diese Weise erhält man stets dasselbe Volumen. Fig. 41 zeigt das Sprengel'sche

[1]) Landolt a. a. O.

Pyknometer, mit welchem die genauesten Resultate erzielt werden können. Zur Bestimmung des spezifischen Gewichtes ist es von Vorteil, die Lösung vor dem Einfüllen in das Pyknometer etwas unter die Versuchstemperatur abzukühlen und nach dem Einfüllen die Temperatur durch Einstellen in entsprechend temperiertes Wasser zu erzeugen.

In den nachfolgenden Tabellen finden sich die Beziehungen zwischen den Aräometerangaben (Brix und Baumé) und den entsprechenden spezifischen Gewichten. Die Tabellen sind zum Teil (Brix-Grade, spezifisches Gewicht bei $\frac{17,5}{17,5}{}^{0}$ C. und alte und neue Grade Baumé) von Mategczek und Scheibler (a. a. O.) berechnet. Die zwei Spalten, welche für das spezifische Gewicht bei $\frac{15}{4}{}^{0}$ und $\frac{20}{4}{}^{0}$ C. berechnet sind, entstammen der bereits oben (siehe S. 21) besprochenen Arbeit der kaiserlichen Normaleichungskommission, welche als die besten aller Bestimmungen zu betrachten sind.

Tabelle IV.

Zum Vergleiche zwischen Gewichtsprozenten oder Graden nach Brix, spezifischem Gewicht und Graden nach Baumé für reine Zuckerlösungen von 0 bis 95 Prozent.

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht: Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}^0$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17,5}{17,5}^0$	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}^0$ C.	Grade Baumé neue	Grade Baumé alte
0,0	1,000 000	1,000 00	0,998 234	0,0	0,0
1	1,000 388	1,000 38	0,998 622	0,1	0,1
2	1,000 776	1,000 77	0,999 010	0,1	0,1
3	1,001 165	1,001 16	0,999 398	0,2	0,2
4	1,001 553	1,001 55	0,999 786	0,2	0,2
5	1,001 942	1,001 93	1,000 174	0,3	0,3
6	1,002 331	1,002 32	1,000 563	0,3	0,3
7	1,002 721	1,002 71	1,000 952	0,4	0,4
8	1,003 111	1,003 10	1,001 342	0,45	0,4
9	1,003 501	1,003 49	1,001 731	0,5	0,5
1,0	1,003 891	1,003 88	1,002 120	0,6	0,55
1	1,004 282	1,004 27	1,002 509	0,6	0,6
2	1,004 672	1,004 66	1,002 897	0,7	0,7
3	1,005 063	1,005 05	1,003 286	0,7	0,7
4	1,005 455	1,005 44	1,003 675	0,8	0,8
5	1,005 846	1,005 83	1,004 064	0,85	0,8
6	1,006 238	1,006 22	1,004 453	0,9	0,9
7	1,006 631	1,006 62	1,004 844	1,0	0,9
8	1,007 023	1,007 01	1,005 234	1,0	1,0
9	1,007 416	1,007 40	1,005 624	1,1	1,05
2,0	1,007 809	1,007 79	1,006 015	1,1	1,1
1	1,008 202	1,008 18	1,006 405	1,2	1,2
2	1,008 596	1,008 58	1,006 796	1,2	1,2
3	1,008 990	1,008 97	1,007 188	1,3	1,3
4	1,009 384	1,009 36	1,007 580	1,4	1,3
5	1,009 779	1,009 76	1,007 972	1,4	1,4
6	1,010 173	1,010 15	1,008 363	1,5	1,4
7	1,010 568	1,010 55	1,008 755	1,5	1,5
8	1,010 964	1,010 94	1,009 148	1,6	1,55
9	1,011 359	1,011 34	1,009 541	1,6	1,6
3,0	1,011 755	1,011 73	1,009 934	1,7	1,7
1	1,012 151	1,012 13	1,010 327	1,8	1,7
2	1,012 547	1,012 52	1,010 721	1,8	1,8
3	1,012 944	1,012 92	1,011 115	1,9	1,8
4	1,013 341	1,013 32	1,011 510	1,9	1,9

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht: Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}^0$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17{,}5}{17{,}5}^0$	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}^0$ C.	Grade Baumé neue	Grade Baumé alte
3,5	1,013 738	1,013 71	1,011 904	2,0	1,9
6	1,014 135	1,014 11	1,012 298	2,0	2,0
7	1,014 533	1,014 51	1,012 694	2,1	2,0
8	1,014 931	1,014 91	1,013 089	2,2	2,1
9	1,015 330	1,015 31	1,013 485	2,2	2,2
4,0	1,015 728	1,015 70	1,013 881	2,3	2,2
1	1,016 127	1,016 10	1,014 277	2,3	2,3
2	1,016 526	1,016 50	1,014 673	2,4	2,3
3	1,016 925	1,016 90	1,015 070	2,4	2,4
4	1,017 325	1,017 30	1,015 467	2,5	2,4
5	1,017 725	1,017 70	1,015 864	2,55	2,5
6	1,018 125	1,018 10	1,016 261	2,6	2,6
7	1,018 526	1,018 50	1,016 659	2,7	2,6
8	1,018 927	1,018 90	1,017 058	2,7	2,7
9	1,019 328	1,019 30	1,017 456	2,8	2,7
5,0	1,019 729	1,019 70	1,017 854	2,8	2,8
1	1,020 131	1,020 10	1,018 253	2,9	2,8
2	1,020 533	1,020 51	1,018 652	2,95	2,9
3	1,020 935	1,020 91	1,019 052	3,0	2,9
4	1,021 337	1,021 31	1,019 451	3,1	3,0
5	1,021 740	1,021 71	1,019 851	3,1	3,0
6	1,022 143	1,022 11	1,020 251	3,2	3,1
7	1,022 546	1,022 52	1,020 651	3,2	3,2
8	1,022 950	1,022 92	1,021 053	3,3	3,2
9	1,023 354	1,023 33	1,021 454	3,35	3,3
6,0	1,023 758	1,023 73	1,021 855	3,4	3,3
1	1,024 163	1,024 13	1,022 257	3,5	3,4
2	1,024 568	1,024 54	1,022 659	3,5	3,4
3	1,024 973	1,024 94	1,023 061	3,6	3,5
4	1,025 378	1,025 35	1,023 463	3,6	3,6
5	1,025 784	1,025 75	1,023 867	3,7	3,6
6	1,026 190	1,026 16	1,024 270	3,7	3,7
7	1,026 596	1,026 57	1,024 673	3,8	3,7
8	1,027 003	1,026 97	1,025 077	3,9	3,8
9	1,027 410	1,027 38	1,025 481	3,9	3,8
7,0	1,027 817	1,027 79	1,025 885	4,0	3,9
1	1,028 224	1,028 19	1,026 289	4,0	3,9
2	1,028 632	1,028 60	1,026 694	4,1	4,0
3	1,029 040	1,029 01	1,027 099	4,1	4,1
4	1,029 448	1,029 42	1,027 504	4,2	4,1
5	1,029 856	1,029 83	1,027 910	4,25	4,2
6	1,030 265	1,030 24	1,028 316	4,3	4,2
7	1,030 674	1,030 64	1,028 722	4,4	4,3
8	1,031 083	1,031 05	1,029 128	4,4	4,3
9	1,031 493	1,031 46	1,029 535	4,5	4,4
8,0	1,031 903	1,031 87	1,029 942	4,5	4,4
1	1,032 313	1,032 28	1,030 349	4,6	4,5
2	1,032 724	1,032 70	1,030 757	4,6	4,6

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht: Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}^0$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17,5}{17,5}^0$	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}^0$ C.	Grade Baumé neue	Grade Baumé alte
8,3	1,033 135	1,033 11	1,031 165	4,7	4,6
4	1,033 546	1,033 52	1,031 573	4,8	4,7
5	1,033 957	1,033 93	1,031 982	4,8	4,7
6	1,034 369	1,034 34	1,032 391	4,9	4,8
7	1,034 781	1,034 75	1,032 800	4,9	4,8
8	1,035 193	1,035 17	1,033 209	5,0	4,9
9	1,035 606	1,035 58	1,033 619	5,0	4,9
9,0	1,036 019	1,035 99	1,034 029	5,1	5,0
1	1,036 432	1,036 40	1,034 439	5,2	5,05
2	1,036 846	1,036 82	1,034 850	5,2	5,1
3	1,037 259	1,037 23	1,035 260	5,3	5,2
4	1,037 673	1,037 65	1,035 671	5,3	5,2
5	1,038 087	1,038 06	1,036 082	5,4	5,3
6	1,038 502	1,038 48	1,036 494	5,4	5,3
7	1,038 917	1,038 89	1,036 906	5,5	5,4
8	1,039 332	1,039 31	1,037 318	5,55	5,4
9	1,039 747	1,039 72	1,037 730	5,6	5,5
10,0	1.040 163	1,040 14	1,038 143	5,7	5,55
1	1,040 579	1,040 55	1,038 556	5,7	5,6
2	1,040 996	1,040 97	1,038 970	5,8	5,7
3	1,041 412	1,041 39	1,039 383	5,8	5,7
4	1,041 829	1,041 80	1,039 797	5,9	5,8
5	1,042 247	1,042 22	1,040 212	5,9	5,8
6	1,042 664	1,042 64	1,040 626	6,0	5,9
7	1,043 082	1,043 06	1,041 041	6,1	5,9
8	1,043 500	1,043 90	1,041 456	6,1	6,0
9	1,043 919	1,044 31	1,041 872	6,2	6,05
11,0	1,044 338	1,044 31	1,042 288	6,2	6,1
1	1,044 757	1,044 73	1,042 704	6,3	6,2
2	1,045 177	1,045 15	1,043 121	6,3	6,2
3	1,045 596	1,045 57	1,043 537	6,4	6,3
4	1,046 016	1,045 99	1,043 954	6,5	6,3
5	1,046 436	1,046 41	1,044 370	6,5	6,4
6	1,046 857	1,046 83	1,044 788	6,6	6,4
7	1,047 278	1,047 26	1,045 206	6,6	6,5
8	1,047 700	1,047 68	1,045 625	6,7	6,55
9	1,048 121	1,048 10	1,046 043	6,7	6,6
12,0	1,048 543	1,048 52	1,046 462	6,8	6,7
1	1,048 965	1,048 94	1,046 881	6,8	6,7
2	1,049 387	1,049 37	1,047 300	6,9	6,8
3	1,049 810	1,049 79	1,047 720	7,0	6,8
4	1,050 233	1,050 21	1,048 140	7,0	6,9
5	1,050 656	1,050 64	1,048 559	7,1	6,9
6	1,051 080	1,051 06	1,048 980	7,1	7,0
7	1,051 504	1,051 49	1,049 401	7,2	7,05
8	1,051 928	1,051 91	1,049 822	7,2	7,1
9	1,052 352	1,052 33	1,050 243	7,3	7,2
13,0	1,052 777	1,052 76	1,050 665	7,4	7,2

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht: Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}$ °	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17,5}{17,5}$ °	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}$ ° C.	Grade Baumé neue	Grade Baumé alte
13,1	1,053 202	1,053 18	1,051 087	7,4	7,3
2	1,053 628	1,053 61	1,051 510	7,5	7,3
3	1,054 054	1,054 04	1,051 933	7,5	7,4
4	1,054 480	1,054 46	1,052 356	7,6	7,4
5	1,054 906	1,054 89	1,052 778	7,6	7,5
6	1,055 333	1,055 32	1,053 202	7,7	7,5
7	1,055 760	1,055 74	1,053 626	7,75	7,6
8	1,056 187	1,056 17	1,054 050	7,8	7,65
9	1,056 615	1,056 60	1,054 475	7,9	7,7
14,0	1,057 043	1,057 03	1,054 900	7,9	7,8
1	1,057 471	1,057 46	1,055 325	8,0	7,8
2	1,057 900	1,057 89	1,055 751	8,0	7,9
3	1,058 328	1,058 31	1,056 176	8,1	7,9
4	1,058 757	1,058 74	1,056 602	8,1	8,0
5	1,059 187	1,059 17	1,057 029	8,2	8,0
6	1,059 616	1,059 60	1,057 455	8,3	8,1
7	1,060 046	1,060 03	1,057 882	8,3	8,15
8	1,060 477	1,060 47	1,058 310	8,4	8,2
9	1,060 907	1,060 90	1,058 737	8,4	8,3
15,0	1,061 338	1.061 33	1,059 165	8,5	8,3
1	1,061 769	1,061 76	1,059 593	8.5	8,4
2	1,062 201	1,062 19	1,060 022	8,55	8,4
3	1,062 633	1,062 62	1,060 451	8,6	8,5
4	1,063 065	1,063 06	1,060 880	8,7	8,5
5	1,063 497	1,063 49	1,061 208	8,8	8,6
6	1,063 930	1,063 92	1,061 738	8,8	8,65
7	1,064 363	1,064 36	1,062 168	8,9	8,7
8	1,064 796	1,064 79	1,062 598	8,9	8,8
9	1,065 230	1,065 22	1,063 029	9,0	8,8
16,0	1,065 664	1,065 66	1,063 460	9,0	8,9
1	1,066 099	1,066 09	1,063 892	9,1	8,9
2	1,066 534	1,066 53	1,064 324	9,2	9,0
3	1,066 969	1,066 96	1,064 756	9,2	9,0
4	1,067 404	1,067 40	1,065 188	9,3	9,1
5	1,067 840	1,067 83	1,065 621	9,3	9,1
6	1,068 276	1,068 27	1,066 054	9,4	9,2
7	1,068 712	1,068 71	1,066 487	9,4	9,25
8	1,069 149	1,069 14	1,066 921	9,5	9,3
9	1,069 586	1,069 58	1,067 355	9,5	9,4
17,0	1,070 023	1,070 02	1,067 789	9,6	9,4
1	1,070 460	1,070 46	1,068 223	9,7	9,5
2	1,070 898	1,070 90	1,068 658	9,7	9,5
3	1,071 336	1,071 33	1,069 093	9,8	9,6
4	1,071 775	1,071 77	1,069 529	9,8	9,6
5	1,072 214	1,072 21	1,069 964	9,9	9,7
6	1,072 653	1,072 65	1,070 400	9,9	9,75
7	1,073 092	1,073 09	1,070 836	10,0	9,8
8	1,073 532	1,073 53	1,071 273	10,0	9,9

Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht: Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}^0$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17,5}{17,5}^0$	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}^0$ C.	Grade Baumé neue	alte
17,9	1,073 972	1,073 97	1,071 710	10,1	9,9
18,0	1,074 412	1,074 41	1,072 147	10,1	10,0
1	1,074 853	1,074 85	1,072 585	10,2	10,0
2	1,075 294	1,075 30	1,073 023	10,3	10,1
3	1,075 735	1,075 74	1,073 461	10,3	10,1
4	1,076 177	1,076 18	1,073 900	10,4	10,2
5	1,076 619	1,076 62	1,074 338	10,4	10,2
6	1,077 061	1,077 06	1,074 777	10,5	10,3
7	1,077 504	1,077 51	1,075 217	10,5	10,35
8	1,077 947	1,077 95	1,075 657	10,6	10,4
9	1,078 390	1,078 39	1,076 097	10,6	10,5
19,0	1,078 833	1,078 84	1,076 537	10,7	10,5
1	1,079 277	1,079 28	1,076 978	10,8	10,6
2	1,079 721	1,079 73	1,077 419	10,8	10,6
3	1,080 165	1,080 17	1,077 860	10,9	10,7
4	1,080 610	1,080 62	1,078 302	10,9	10,7
5	1,081 055	1,081 06	1,078 744	11,0	10,8
6	1,081 501	1,081 51	1,079 187	11,1	10,85
7	1,081 946	1,081 96	1,079 629	11,1	10,9
8	1,082 392	1,082 40	1,080 072	11,2	11,0
9	1,082 838	1,082 85	1,080 515	11,2	11,0
20,0	1,083 285	1,083 29	1,080 959	11,3	11,1
1	1,083 732	1,083 74	1,081 403	11,3	11,1
2	1,084 180	1,084 19	1,081 848	11,4	11,2
3	1,084 627	1,084 64	1,082 292	11,5	11,2
4	1,085 075	1,085 09	1,082 737	11,5	11,3
5	1,085 524	1,085 53	1,083 182	11,6	11,3
6	1,085 973	1,085 99	1,083 628	11,6	11,4
7	1,086 422	1,086 43	1,084 074	11,7	11,45
8	1,086 871	1,086 88	1,084 520	11,7	11,5
9	1,087 321	1,087 33	1,084 967	11,8	11,6
21,0	1,087 771	1,087 78	1,085 414	11,8	11,6
1	1,088 221	1,088 24	1,085 861	11,9	11,7
2	1,088 672	1,088 69	1,086 309	11,95	11,7
3	1,089 123	1,089 14	1,086 757	12,0	11,8
4	1,089 574	1,089 59	1,087 205	12,0	11,8
5	1,090 025	1,090 04	1,087 652	12,1	11,9
6	1,090 477	1,090 49	1,088 101	12,1	11,95
7	1,090 929	1,090 95	1,088 550	12,2	12,0
8	1,091 382	1,091 40	1,089 000	12,3	12,05
9	1,091 835	1,091 85	1,089 450	12,3	12,1
22,0	1,092 288	1,092 31	1,089 900	12,4	12,2
1	1,092 742	1,092 76	1,090 351	12,5	12,2
2	1,093 196	1,093 21	1,090 802	12,5	12,3
3	1,093 650	1,093 67	1,091 253	12,6	12,3
4	1,094 104	1,094 12	1,091 704	12,6	12,4
5	1,094 559	1,094 58	1,092 155	12,7	12,4
6	1,095 014	1,095 03	1,092 607	12,7	12,5

Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht: Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}$ °	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17,5}{17,5}$ °	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}$ ° C.	Grade Baumé neue	alte
22,7	1,095 470	1,095 49	1,093 060	12,8	12,55
8	1,095 926	1,095 95	1,093 513	12,85	12,6
9	1,096 382	1,096 40	1,093 966	12,9	12,7
23,0	1,096 839	1,096 86	1,094 420	13,0	12,7
1	1,097 296	1,097 32	1,094 874	13,0	12,8
2	1,097 753	1,097 77	1,095 328	13,1	12,8
3	1,098 210	1,098 23	1,095 782	13,1	12,9
4	1,098 668	1,098 69	1,096 236	13,2	12,9
5	1,099 126	1,099 15	1,096 691	13,2	13,0
6	1,099 585	1,099 61	1,097 147	13,3	13,0
7	1,100 044	1,100 07	1,097 603	13,3	13,1
8	1,100 503	1,100 53	1,098 058	13,4	13,15
9	1,100 962	1,100 99	1,098 514	13,5	13,2
24,0	1,101 422	1,101 45	1,098 971	13,5	13,3
1	1,101 882	1,101 91	1,099 428	13,6	13,3
2	1,102 343	1,102 37	1,099 886	13,6	13,4
3	1,102 804	1,102 83	1,100 344	13,7	13,4
4	1,103 265	1,103 29	1,100 802	13,7	13,5
5	1,103 726	1,103 75	1,101 259	13,8	13,5
6	1,104 188	1,104 21	1,101 718	13,8	13,6
7	1,104 650	1,104 68	1,102 177	13,9	13,6
8	1,105 113	1,105 14	1,102 637	14,0	13,7
9	1,105 576	1,105 60	1,103 097	14,0	13,75
25,0	1,106 039	1,106 07	1,103 557	14,1	13,8
1	1,106 502	1,106 53	1,104 017	14,1	13,9
2	1,106 966	1,107 00	1,104 478	14,2	13,9
3	1,107 430	1,107 46	1,104 938	14,2	14,0
4	1,107 895	1,107 93	1,105 400	14,3	14,0
5	1,108 360	1,108 39	1,105 862	14,3	14,1
6	1,108 825	1,108 86	1,106 324	14,4	14,1
7	1,109 290	1,109 32	1,106 786	14,5	14,2
8	1,109 756	1,109 79	1,107 248	14,5	14,2
9	1,110 222	1,110 26	1,107 711	14,6	14,3
26,0	1,110 689	1,110 72	1,108 175	14,6	14,35
1	1,111 156	1,111 19	1,108 639	14,7	14,4
2	1,111 623	1,111 66	1,109 103	14,7	14,5
3	1,112 091	1,112 13	1,109 568	14,8	14,5
4	1,112 559	1,112 59	1,110 033	14,85	14,6
5	1,113 027	1,113 06	1,110 497	14,9	14,6
6	1,113 496	1,113 53	1,110 963	15,0	14,7
7	1,113 965	1,114 00	1,111 429	15,0	14,7
8	1,114 434	1,114 47	1,111 895	15,1	14,8
9	1,114 903	1,114 94	1,112 361	15,1	14,8
27,0	1,115 373	1,115 41	1,112 828	15,2	14,9
1	1,115 843	1,115 88	1,113 295	15,2	14,9
2	1,116 314	1,116 35	1,113 863	15,3	15,0
3	1,116 784	1,116 82	1,114 229	15,3	15,1
4	1,117 255	1,117 29	1,114 697	15,4	15,1

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht:			Grade Baumé	
	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}{}^0$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17,5}{17,5}{}^0$	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}{}^0$ C.	neue	alte
27,5	1,117 727	1,117 76	1,115 166	15,5	15,2
6	1,118 199	1,118 24	1,115 635	15,5	15,2
7	1,118 671	1,118 71	1,116 104	15,6	15,3
8	1,119 143	1,119 18	1,116 572	15,6	15,3
9	1,119 616	1,119 65	1,117 042	15,7	15,4
28,0	1,120 089	1,120 13	1,117 512	15,7	15,4
1	1,120 562	1,120 60	1,117 982	15,8	15,5
2	1,121 036	1,121 07	1,118 453	15,8	15,55
3	1,121 510	1,121 55	1,118 923	15,9	15,6
4	1,121 985	1,122 02	1,119 395	16,0	15,7
5	1,122 460	1,122 50	1,119 867	16,0	15,7
6	1,122 935	1,122 97	1,120 339	16,1	15,8
7	1,123 411	1,123 45	1,120 812	16,1	15,8
8	1,123 887	1,123 93	1,121 284	16,2	15,9
9	1,124 363	1,124 40	1,121 757	16,2	15,9
29,0	1,124 840	1,124 88	1,122 231	16,3	16,0
1	1,125 317	1,125 36	1,122 705	16,3	16,0
2	1,125 794	1,125 83	1,123 179	16,4	16,1
3	1,126 272	1,126 31	1,123 653	16,5	16,1
4	1,126 750	1,126 79	1,124 128	16,5	16,2
5	1,127 228	1,127 27	1,124 603	16,6	16,25
6	1,127 707	1,127 75	1,125 079	16,6	16,3
7	1,128 186	1,128 23	1,125 555	16,7	16,4
8	1,128 665	1,128 71	1,126 030	16,7	16,4
9	1,129 145	1,129 19	1,126 507	16,8	16,5
30,0	1,129 625	1,129 67	1,126 984	16,8	16,5
1	1,130 105	1,130 15	1,127 461	16,9	16,6
2	1,130 586	1,130 63	1,127 939	16,95	16,6
3	1,131 067	1,131 11	1,128 417	17,0	16,7
4	1,131 549	1,131 59	1,128 896	17,1	16,7
5	1,132 031	1,132 07	1,129 374	17,1	16,8
6	1,132 513	1,132 55	1,129 853	17,2	16,85
7	1,132 995	1,133 04	1,130 332	17,2	16,9
8	1,133 478	1,133 52	1,130 812	17,3	17,0
9	1,133 961	1,134 00	1,131 292	17,3	17,0
31,0	1,134 445	1,134 49	1,131 773	17,4	17,1
1	1,134 929	1,134 97	1,132 254	17,45	17,1
2	1,135 413	1,135 45	1,132 735	17,5	17,2
3	1,135 898	1,135 94	1,133 216	17,6	17,2
4	1,136 383	1,136 42	1,133 698	17,6	17,3
5	1,136 868	1,136 91	1,134 180	17,7	17,3
6	1,137 354	1,137 40	1,134 663	17,7	17,4
7	1,137 840	1,137 88	1,135 146	17,8	17,4
8	1,138 326	1,138 37	1,135 628	17,8	17,5
9	1,138 813	1,138 85	1,136 112	17,9	17,55
32,0	1,139 300	1,139 34	1,136 596	17,95	17,6
1	1,139 787	1,139 83	1,137 080	18,0	17,7
2	1,140 275	1,140 32	1,137 565	18,0	17,7

Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht:			Grade Baumé	
	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15^0}{4}$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17,5^0}{17,5}$	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20^0}{4}$ C.	neue	alte
32,3	1,140 763	1,140 81	1,138 049	18,1	17,8
4	1,141 251	1,141 29	1,138 534	18,2	17,8
5	1,141 740	1,141 78	1,139 020	18,2	17,9
6	1,142 229	1,142 27	1,139 506	18,3	17,9
7	1,142 719	1,142 76	1,139 993	18,3	18,0
8	1,143 209	1.143 25	1,140 479	18,4	18,0
9	1,143 699	1,143 74	1,140 966	18,4	18,1
33,0	1,144 189	1,144 23	1,141 453	18,5	18,15
1	1,144 680	1,144 72	1,141 941	18,55	18,2
2	1,145 171	1,145 21	1,142 429	18,6	18,25
3	1,145 662	1,145 70	1,142 916	18,7	18,3
4	1,146 154	1,146 20	1,143 405	18,7	18,4
5	1,146 646	1,146 69	1,143 894	18,8	18,4
6	1,147 139	1,147 18	1,144 384	18,8	18,5
7	1,147 632	1,147 67	1,144 874	18,9	18,5
8	1,148 125	1,148 17	1,145 363	18,9	18,6
9	1,148 619	1,148 66	1,145 854	19,0	18,6
34,0	1,149 113	1,149 15	1,146 345	19,05	18,7
1	1,149 607	1,149 65	1,146 836	19,1	18,7
2	1,150 102	1,150 14	1,147 328	19,2	18,8
3	1,150 597	1,150 64	1,147 820	19,2	18,85
4	1,151 093	1,151 13	1,148 313	19,3	18,9
5	1,151 589	1,151 63	1,148 805	19,3	18,95
6	1,152 085	1,152 13	1,149 298	19,4	19,0
7	1,152 582	1,152 62	1,149 792	19,4	19,1
8	1,153 079	1,153 12	1,150 286	19,5	19,1
9	1,153 576	1,153 62	1,150 780	19,5	19,2
35,0	1,154 074	1,154 11	1,151 275	19,6	19,2
1	1,154 572	1,154 61	1,151 770	19,65	19,3
2	1,155 070	1,155 11	1,152 265	19,7	19,3
3	1,155 569	1,155 61	1,152 760	19,8	19,4
4	1,156 068	1,156 11	1,153 256	19,8	19,4
5	1,156 567	1,156 61	1,153 752	19,9	19,5
6	1,157 067	1,157 10	1,154 249	19,9	19,55
7	1,157 567	1,157 60	1,154 746	20,0	19,6
8	1,158 067	1,158 10	1,155 242	20,0	19,65
9	1,158 568	1,158 61	1,155 740	20,1	19,7
36,0	1,159 069	1,159 17	1,156 238	20,1	19,8
1	1,159 570	1,159 61	1,156 736	20,2	19,8
2	1,160 072	1,160 11	1,157 235	20,25	19,9
3	1,160 574	1.160 61	1,157 733	20,3	19,9
4	1,161 077	1,161 11	1,158 233	20,4	20,0
5	1,161 580	1,161 62	1,158 733	20,4	20,0
6	1,162 083	1,162 12	1,159 233	20,5	20,1
7	1,162 586	1,162 62	1,159 733	20,5	20,1
8	1,163 090	1,163 13	1,160 233	20,6	20,2
9	1,163 594	1,163 63	1,160 734	20,6	20,2
37,0	1,164 099	1,164 13	1,161 236	20,7	20,3

Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht: Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}{}^{0}$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17,5}{17,5}{}^{0}$	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}{}^{0}$ C.	Grade Baumé neue	Grade Baumé alte
37,1	1,164 604	1,164 64	1,161 738	20,7	20,35
2	1,165 109	1,165 14	1,162 240	20,8	20,4
3	1,165 615	1,165 65	1,162 742	20,9	20,5
4	1,166 121	1,166 16	1,163 245	20,9	20,5
5	1,166 627	1,166 66	1,163 748	21,0	20,6
6	1,167 134	1,167 17	1,164 252	21,0	20,6
7	1,167 641	1,167 68	1,164 756	21,1	20,7
8	1,168 148	1,168 18	1,165 259	21,1	20,7
9	1,168 656	1,168 69	1,165 764	21,2	20,8
38,0	1,169 164	1,169 20	1,166 269	21,2	20,8
1	1,169 673	1,169 71	1,166 775	21,3	20,9
2	1,170 182	1,170 22	1,167 281	21,35	20,9
3	1,170 691	1,170 72	1,167 786	21,4	21,0
4	1,171 201	1,171 23	1,168 293	21,5	21,05
5	1,171 711	1,171 74	1,168 800	21,5	21,1
6	1,172 221	1,172 25	1,169 307	21,6	21,15
7	1,172 732	1,172 76	1,169 815	21,6	21,2
8	1,173 243	1,173 27	1,170 322	21,7	21,3
9	1,173 755	1,173 79	1,170 831	21,7	21,3
39,0	1,174 267	1,174 30	1,171 340	21,8	21,4
1	1,174 779	1,174 81	1,171 849	21,8	21,4
2	1,175 292	1,175 32	1,172 359	21,9	21,5
3	1,175 805	1,175 83	1,172 869	21,9	21,5
4	1,176 318	1,176 35	1,173 379	22,0	21,6
5	1,176 832	1,176 86	1,173 889	22,05	21,6
6	1,177 346	1,177 37	1,174 400	22,1	21,7
7	1,177 860	1,177 89	1,174 911	22,2	21,7
8	1,178 375	1,178 40	1,175 423	22,2	21,8
9	1,178 890	1,178 92	1,175 935	22,3	21,85
40,0	1,179 405	1,179 43	1,176 447	22,3	21,9
1	1,179 921	1,179 95	1,176 960	22,4	22,0
2	1,180 437	1,180 46	1,177 473	22,4	22,0
3	1,180 954	1,180 98	1,177 987	22,5	22,1
4	1,181 471	1,181 50	1,178 501	22,5	22,1
5	1,181 988	1,182 01	1,179 014	22,6	22,2
6	1,182 506	1,182 53	1,179 527	22,6	22,2
7	1,183 024	1,183 05	1,180 044	22,7	22,3
8	1,183 543	1,183 57	1,180 560	22,8	22,3
9	1,184 062	1,184 08	1,181 076	22,8	22,4
41,0	1,184 581	1,184 60	1,181 592	22,9	22,4
1	1,185 100	1,185 12	1,182 108	22,9	22,5
2	1,185 620	1,185 64	1,182 625	23,0	22,5
3	1,186 140	1,186 16	1,183 142	23,0	22,6
4	1,186 661	1,186 68	1,183 660	23,1	22,65
5	1,187 182	1,187 20	1,184 178	23,1	22,7
6	1,187 703	1,187 72	1,184 696	23,2	22,75
7	1,188 225	1,188 24	1,185 215	23,25	22,8
8	1,188 747	1,188 77	1,185 734	23,3	22,9

Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht: Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}^0$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17,5}{17,5}^0$	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}^0$ C.	Grade Baumé neue	Grade Baumé alte
41,9	1,189 269	1,189 29	1,186 253	23,4	22,9
42,0	1,189 792	1,189 81	1,186 773	23,4	23,0
1	1,190 315	1,190 33	1,187 293	23,5	23,0
2	1,190 839	1,190 86	1,187 814	23,5	23,1
3	1,191 363	1,191 38	1,188 335	23,6	23,1
4	1,191 887	1,191 90	1,188 856	23,6	23,2
5	1,192 412	1,192 43	1,189 379	23,7	23,2
6	1,192 937	1,192 95	1,189 901	23,7	23,3
7	1,193 462	1,193 48	1,190 423	23,8	23,3
8	1,193 988	1,194 00	1,190 946	23,8	23,4
9	1,194 514	1,194 53	1,191 469	23,9	23,45
43,0	1,195 040	1,195 05	1,191 993	23,95	23,50
1	1,195 567	1,195 58	1,192 517	24,0	23,55
2	1,196 094	1,196 11	1,193 041	24,1	23,6
3	1,196 622	1,196 63	1,193 565	24,1	23,7
4	1,197 150	1,197 16	1,194 090	24,2	23,7
5	1,197 678	1,197 69	1,194 616	24,2	23,8
6	1,198 206	1,198 22	1,195 141	24,3	23,8
7	1,198 735	1,198 75	1,195 667	24,3	23,9
8	1,199 264	1,199 27	1,196 193	24,4	23,9
9	1,199 794	1,199 80	1,196 720	24,4	24,0
44,0	1,200 324	1,200 33	1,197 247	24,5	24,0
1	1,200 855	1,200 86	1,197 775	24,55	24,1
2	1,201 386	1,201 39	1,198 303	24,6	24,1
3	1,201 917	1,201 92	1,198 832	24,65	24,2
4	1,202 448	1,202 45	1,199 360	24,7	24,2
5	1,202 980	1,202 99	1,199 890	24,8	24,3
6	1,203 513	1,203 52	1,200 420	24,8	24,35
7	1,204 046	1,204 05	1,200 950	24,9	24,4
8	1,204 579	1,204 58	1,201 480	24,9	24,45
9	1,205 112	1,205 12	1,202 010	25,0	24,5
45,0	1,205 646	1,205 65	1,202 540	25,0	24,6
1	1,206 180	1,206 18	1,203 071	25,1	24,6
2	1,206 715	1,206 72	1,203 603	25,1	24,7
3	1,207 250	1,207 25	1,204 136	25,2	24,7
4	1,207 785	1,207 79	1,204 668	25,2	24,8
5	1,208 320	1,208 32	1,205 200	25,3	24,8
6	1,208 856	1,208 86	1,205 733	25,4	24,9
7	1,209 392	1,209 39	1,206 266	25,4	24,9
8	1,209 929	1,209 93	1,206 801	25,5	25,0
9	1,210 466	1,210 46	1,207 335	25,5	25,0
46,0	1,211 004	1,211 00	1,207 870	25,6	25,1
1	1,211 542	1,211 54	1,208 405	25,6	25,1
2	1,212 080	1,212 08	1,208 940	25,7	25,2
3	1,212 619	1,212 61	1,209 477	25,7	25,2
4	1,213 158	1,213 15	1,210 013	25,8	25,3
5	1,213 697	1,213 69	1,210 549	25,8	25,35
6	1,214 237	1,214 23	1,211 086	25,9	25,4

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht: Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}^0$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17,5}{17,5}^0$	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}^0$ C.	Grade Baumé neue	Grade Baumé alte
46,7	1,214 777	1,214 77	1,211 623	25,95	25,45
8	1,215 318	1,215 31	1,212 162	26,0	25,5
9	1,215 859	1,215 85	1,212 700	26,1	25,6
47,0	1,216 400	1,216 39	1,213 238	26,1	25,6
1	1,216 942	1,216 93	1,213 777	26,2	25,7
2	1,217 484	1,217 47	1,214 317	26,2	25,7
3	1,218 026	1,218 02	1,214 856	26,3	25,8
4	1,218 568	1,218 56	1,215 395	26,3	25,8
5	1,219 111	1,219 10	1,215 936	26,4	25,9
6	1,219 654	1,219 64	1,216 476	26,4	25,9
7	1,220 198	1,220 19	1,217 017	26,5	26,0
8	1,220 742	1,220 73	1,217 559	26,5	26,0
9	1,221 287	1,221 27	1,218 101	26,6	26,1
48,0	1,221 832	1,221 82	1,218 643	26,6	26,1
1	1,222 377	1,222 36	1,219 185	26,7	26,2
2	1,222 923	1,222 91	1,219 729	26,75	26,2
3	1,223 469	1,223 45	1,220 272	26,8	26,3
4	1,224 015	1,224 00	1,220 815	26,9	26,35
5	1,224 562	1,224 55	1,221 360	26,9	26,4
6	1,225 109	1,225 09	1,221 904	27,0	26,45
7	1,225 657	1,225 64	1,222 449	27,0	26,5
8	1,226 205	1,226 19	1,222 995	27,1	26,6
9	1,226 753	1,226 73	1,223 540	27,1	26,6
49,0	1,227 302	1,227 28	1,224 086	27,2	26,7
1	1,227 851	1,227 83	1,224 632	27,2	26,7
2	1,228 401	1,228 38	1,225 180	27,3	26,8
3	1,228 951	1,228 93	1,225 727	27,3	26,8
4	1,229 501	1,229 48	1,226 274	27,4	26,9
5	1,230 052	1,230 03	1,226 823	27,4	26,9
6	1,230 603	1,230 58	1,227 371	27,5	27,0
7	1,231 154	1,231 13	1,227 919	27,6	27,0
8	1,231 706	1,231 68	1,228 469	27,6	27,1
9	1,232 258	1,232 23	1,229 018	27,7	27,1
50,0	1,232 810	1,232 78	1,229 567	27,7	27,2
1	1,233 363	1,233 34	1,230 117	27,8	27,2
2	1,233 916	1,233 89	1,230 668	27,8	27,3
3	1,234 470	1,234 44	1,231 219	27,9	27,3
4	1,235 024	1,234 99	1,231 770	27,9	27,4
5	1,235 578	1,235 55	1,232 322	28,0	27,45
6	1,236 133	1,236 10	1,232 874	28,0	27,5
7	1,236 688	1,236 66	1,233 456	28,1	27,55
8	1,237 243	1,237 21	1,233 979	28,1	27,6
9	1,237 799	1,237 77	1,234 532	28,2	27,7
51,0	1,238 355	1,238 32	1,235 085	28,2	27,7
1	1,238 912	1,238 88	1,235 639	28,3	27,8
2	1,239 469	1,239 43	1,236 194	28,35	27,8
3	1,240 026	1,239 99	1,236 748	28,4	27,9
4	1,240 584	1,240 55	1,237 303	28,5	27,9

Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht:			Grade Baumé	
	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}^{0}$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17{,}5}{17{,}5}^{0}$	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}^{0}$ C.	neue	alte
51,5	1,241 142	1,241 11	1,237 859	28,5	28,0
6	1,241 700	1,241 66	1,238 414	28,6	28,0
7	1,242 259	1,242 22	1,238 970	28,6	28,1
8	1,242 818	1,242 78	1,239 527	28,7	28,1
9	1,243 378	1,243 34	1,240 084	28,7	28,2
52,0	1,243 938	1,243 90	1,240 641	28,8	28,2
1	1,244 498	1,244 46	1,241 198	28,8	28,3
2	1,245 059	1,245 02	1,241 757	28,9	28,3
3	1,245 620	1,245 58	1,242 315	28,9	28,4
4	1,246 181	1,246 14	1,242 873	29,0	28,4
5	1.246 743	1,246 70	1,243 433	29,0	28,5
6	1,247 305	1,247 26	1,243 992	29,1	28,5
7	1,247 868	1,247 82	1,244 552	29,15	28,6
8	1,248 431	1,248 39	1,245 113	29,2	28,65
9	1,248 994	1,248 95	1,245 673	29,2	28,7
53,0	1,249 558	1,249 51	1,246 234	29,3	28,75
1	1,250 122	1,250 08	1,246 795	29,4	28,8
2	1,250 687	1,250 64	1,247 358	29,4	28,85
3	1,251 252	1,251 20	1,247 920	29,5	28,9
4	1,251 817	1,251 77	1,248 482	29,5	28,9
5	1,252 383	1,252 33	1,249 046	29,6	29,0
6	1,252 949	1,252 90	1,249 609	29,6	29,1
7	1,253 515	1,253 47	1,250 172	29,7	29,1
8	1,254 082	1,254 03	1,250 737	29,7	29,2
9	1.254 649	1,254 60	1,251 301	29,8	29,2
54,0	1,255 217	1,255 17	1,251 866	29,8	29,3
1	1,255 785	1,255 73	1,252 431	29,9	29,3
2	1,256 353	1,256 30	1,252 997	29,9	29,4
3	1,256 922	1,256 87	1,253 563	30,0	29,4
4	1,257 491	1,257 44	1,254 129	30,05	29,5
5	1,258 061	1,258 01	1,254 697	30,1	29,5
6	1,258 631	1,258 57	1,255 264	30,2	29,6
7	1,259 201	1,259 14	1,255 831	30,2	29,6
8	1,259 772	1,259 71	1,256 400	30,3	29,7
9	1,260 342	1,260 28	1,256 967	30,3	29,7
55,0	1,260 913	1,260 86	1,257 535	30,4	29,8
1	1,261 485	1,261 43	1,258 104	30,4	29,8
2	1,262 057	1,262 00	1,258 674	30,5	29,9
3	1,262 630	1,262 57	1,259 244	30,5	29,9
4	1,263 203	1,263 14	1,259 815	30,6	30,0
5	1,263 776	1,263 72	1,260 385	30,6	30,05
6	1,264 349	1,264 29	1,260 955	30,7	30,1
7	1,264 923	1,264 86	1,261 527	30,7	30,15
8	1,265 497	1,265 44	1,262 099	30,8	30,2
9	1,266 072	1,266 01	1,262 671	30,8	30,25
56,0	1,266 647	1,266 58	1,263 243	30,9	30,3
1	1,267 223	1,267 16	1,263 816	30,9	30,4
2	1,267 799	1,267 73	1,264 390	31,0	30,4

Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht: Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}{}^0$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17{,}5}{17{,}5}{}^0$	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}{}^0$ C.	Grade Baumé neue	Grade Baumé alte
56,3	1,268 375	1,268 31	1,264 963	31,05	30,5
4	1,268 952	1,268 89	1,265 537	31,1	30,5
5	1,269 529	1,269 46	1,266 112	31,2	30,6
6	1,270 106	1,270 04	1,266 686	31,2	30,6
7	1,270 684	1,270 62	1,267 261	31,3	30,7
8	1,271 262	1,271 20	1,267 837	31,3	30,7
9	1,271 841	1,271 77	1,268 413	31,4	30,8
57,0	1,272 420	1,272 35	1,268 989	31,4	30,8
1	1,272 999	1,272 93	1,269 565	31,5	30,9
2	1,273 579	1,273 51	1,270 143	31,5	30,9
3	1,274 159	1,274 09	1,270 720	31,6	31,0
4	1,274 740	1,274 64	1,271 299	31,6	31,0
5	1,275 321	1,275 25	1,271 877	31,7	31,1
6	1,275 902	1,275 83	1,272 455	31,7	31,1
7	1,276 484	1,276 41	1,273 035	31,8	31,2
8	1,277 066	1,276 99	1,273 614	31,8	31,2
9	1,277 648	1,277 58	1,274 195	31,9	31,3
58,0	1,278 231	1,278 16	1,274 774	31,9	31,3
1	1,278 814	1,278 74	1,275 354	32,0	31,4
2	1,279 398	1,279 32	1,275 936	32,0	31,4
3	1,279 982	1,279 91	1,276 517	32,1	31,5
4	1,280 566	1,280 49	1,277 098	32,15	31,5
5	1,281 150	1,281 07	1,277 680	32,2	31,6
6	1,281 735	1,281 66	1,278 262	32,3	31,6
7	1,282 320	1,282 24	1,278 844	32,3	31,7
8	1,282 906	1,282 83	1,279 428	32,4	31,7
9	1,283 492	1,283 42	1,280 011	32,4	31,8
59,0	1,284 079	1,284 00	1,280 595	32,5	31,85
1	1,284 666	1,284 59	1,281 179	32,5	31,9
2	1,285 253	1,285 18	1,281 764	32,6	31,95
3	1,285 841	1,285 76	1,282 349	32,6	32,0
4	1,286 429	1,286 35	1,282 935	32,7	32,05
5	1,287 018	1,286 94	1,283 521	32,7	32,1
6	1,287 607	1,287 53	1,284 107	32,8	32,15
7	1,288 196	1,288 12	1,284 694	32,8	32,2
8	1,288 786	1,288 71	1,285 281	32,9	32,3
9	1,289 376	1,289 30	1,285 869	32,9	32,3
60,0	1,289 966	1,289 89	1,286 456	33,0	32,4
1	1,290 557	1,290 48	1,287 044	33,0	32,4
2	1,291 148	1,291 07	1,287 633	33,1	32,5
3	1,291 740	1,291 66	1,288 222	33,1	32,5
4	1,292 332	1,292 25	1,288 811	33,2	32,6
5	1,292 924	1,292 84	1,289 401	33,2	32,6
6	1,293 517	1,293 43	1,289 991	33,3	32,7
7	1,294 110	1,294 03	1,290 581	33,35	32,7
8	1,294 704	1,294 62	1,291 172	33,4	32,8
9	1,295 297	1,295 21	1,291 763	33,45	32,8
61,0	1.295 891	1,295 81	1,292 354	33,5	32,9

Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht: Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}^0$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17,5}{17,5}^0$	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}^0$ C.	Grade Baumé neue	Grade Baumé alte
61,1	1,296 486	1,296 40	1,292 946	33,6	32,9
2	1,297 081	1,297 00	1,293 539	33,6	33,0
3	1,297 676	1,297 59	1,294 131	33,7	33,0
4	1,298 272	1,298 19	1,294 725	33,7	33,1
5	1,298 868	1,298 78	1,295 318	33,8	33,1
6	1,299 464	1,299 38	1,295 911	33,8	33,2
7	1,300 061	1,299 98	1,296 506	33,9	33,2
8	1,300 658	1,300 57	1,297 100	33,9	33,3
9	1,301 256	1,301 17	1,297 696	34,0	33,3
62,0	1,301 854	1,301 77	1,298 291	34,0	33,4
1	1,302 452	1,302 37	1,298 886	34,1	33,4
2	1,303 051	1,302 97	1,299 483	34,1	33,5
3	1,303 650	1,303 56	1,300 079	34,2	33,5
4	1,304 250	1,304 16	1,300 677	34,2	33,6
5	1,304 850	1,304 76	1,301 274	34,3	33,6
6	1,305 450	1,305 36	1,301 871	34,3	33,7
7	1,306 051	1,305 96	1,302 470	34,4	33,7
8	1,306 652	1,306 57	1,303 068	34,4	33,8
9	1,307 254	1,307 17	1,303 668	34,5	33,8
63,0	1,307 856	1,307 77	1,304 267	34,5	33,9
1	1,308 458	1,308 37	1,304 867	34,6	33,9
2	1,309 061	1,308 97	1,305 467	34,6	34,0
3	1,309 664	1,309 58	1,306 068	34,7	34,0
4	1,310 268	1,310 18	1,306 669	34,7	34,1
5	1,310 872	1,310 78	1,307 271	34,8	34,1
6	1,311 476	1,311 39	1,307 872	34,85	34,2
7	1,312 081	1,311 99	1,308 475	34,9	34,2
8	1,312 686	1,312 60	1,309 077	34,95	34,3
9	1,313 291	1,313 20	1,309 680	35,0	34,3
64,0	1,313 896	1,313 81	1,310 282	35,1	34,4
1	1,314 502	1,314 42	1,310 885	35,1	34,4
2	1,315 108	1,315 02	1,311 489	35,2	34,5
3	1,315 715	1,315 63	1,312 093	35,2	34,5
4	1,316 323	1,316 24	1,312 699	35,3	34,6
5	1,316 939	1,316 84	1,313 304	35,3	34,6
6	1,317 531	1,317 45	1,313 909	35,4	34,7
7	1,318 147	1,318 06	1,314 515	35,4	34,7
8	1,318 756	1,318 67	1,315 121	35,5	34,8
9	1,319 365	1,319 28	1,315 728	35,5	34,8
65,0	1,319 974	1,319 89	1,316 334	35,6	34,9
1	1,320 584	1,320 50	1,316 941	35,6	34,95
2	1,321 194	1,321 11	1,317 549	35,7	35,0
3	1,321 805	1,321 72	1,318 157	35,7	35,05
4	1,322 416	1,322 33	1,318 766	35,8	35,1
5	1,323 027	1,322 94	1,319 374	35,8	35,15
6	1,323 639	1,323 55	1,319 983	35,9	35,2
7	1,324 251	1,324 17	1,320 593	35,9	35,25
8	1,324 864	1,324 78	1,321 203	36,0	35,3

Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht:			Grade Baumé	
	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}{}^0$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17,5}{17,5}{}^0$	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}{}^0$ C.	neue	alte
65,9	1,325 477	1,325 39	1,321 814	36,0	35,35
66,0	1,326 091	1,326 01	1,322 425	36,1	35,4
1	1,326 705	1,326 62	1,323 036	36,1	35,5
2	1,327 319	1,327 24	1,323 648	36,2	35,5
3	1,327 933	1,327 85	1,324 259	36,2	35,6
4	1,328 548	1,328 47	1,324 872	36,3	35,6
5	1,329 163	1,329 08	1,325 484	36,3	35,7
6	1,329 779	1,329 70	1,326 097	36,4	35,7
7	1,330 395	1,330 31	1,326 711	36,4	35,8
8	1,331 012	1,330 93	1,327 325	36,5	35,8
9	1,331 629	1,331 55	1,327 940	36,5	35,9
67,0	1,332 246	1,332 17	1,328 554	36,6	35,9
1	1,332 864	1,332 78	1,329 170	36,6	36,0
2	1,333 482	1,333 40	1,329 785	36,7	36,0
3	1,334 100	1,334 02	1,330 401	36,75	36,1
4	1,334 719	1,334 64	1,331 017	36,8	36,1
5	1,335 338	1,335 26	1,331 633	36,85	36,2
6	1,335 958	1,335 88	1,332 250	36,9	36,2
7	1,336 578	1,336 50	1,332 868	36,95	36,3
8	1,337 198	1,337 12	1,333 485	37,0	36,3
9	1,337 818	1,337 74	1,334 103	37,0	36,4
68,0	1,338 439	1,338 36	1,334 722	37,1	36,4
1	1,339 061	1,338 99	1,335 342	37,1	36,5
2	1,339 683	1,339 61	1,335 961	37,2	36,5
3	1,340 305	1,340 23	1,336 581	37,3	36,6
4	1,340 927	1,340 85	1,337 200	37,3	36,6
5	1,341 550	1,341 48	1,337 821	37,4	36,7
6	1,342 173	1,342 10	1,338 441	37,4	36,7
7	1,342 797	1,342 73	1,339 063	37,5	36,8
8	1,343 421	1,343 35	1,339 684	37,5	36,8
9	1,344 045	1,343 98	1,340 306	37,6	36,9
69,0	1,344 670	1,344 60	1,340 928	37,6	36,9
1	1,345 295	1,345 23	1,341 551	37,7	37,0
2	1,345 921	1,345 85	1,342 174	37,7	37,0
3	1,346 547	1,346 48	1,342 798	37,8	37,1
4	1,347 173	1,347 11	1,343 421	37,8	37,1
5	1,347 800	1,347 74	1,344 046	37,9	37,2
6	1,348 427	1,348 36	1,344 671	37,9	37,2
7	1,349 055	1,348 99	1,345 296	38,0	37,3
8	1,349 683	1,349 62	1,345 922	38,0	37,3
9	1,350 311	1,350 25	1,346 547	38,1	37,4
70,0	1,350 940	1,350 88	1,347 174	38,1	37,4
1	1,351 569	1,351 51	1,347 801	38,2	37,5
2	1,352 198	1,352 14	1,348 427	38,2	37,5
3	1,352 828	1,352 77	1,349 055	38,3	37,6
4	1,353 458	1,353 40	1,349 682	38,3	37,6
5	1,354 089	1,354 03	1,350 311	38,4	37,7
6	1.354 720	1,354 66	1,350 939	38,4	37,7

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht: Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}{}^0$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17,5}{17,5}{}^0$	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}{}^0$ C.	Grade Baumé neue	Grade Baumé alte
70,7	1,355 351	1,355 30	1,351 568	38,5	37,8
8	1,355 983	1,355 93	1,352 197	38,5	37,8
9	1,356 615	1,356 56	1,352 827	38,6	37,9
71,0	1,357 247	1,357 20	1,353 456	38,6	37,9
1	1,357 880	1,357 83	1,354 087	38,7	37,9
2	1,358 513	1,358 47	1,354 717	38,7	38,0
3	1,359 147	1,359 10	1,355 349	38,8	38,0
4	1,359 781	1,359 74	1,355 980	38,8	38,1
5	1,360 415	1,360 37	1,356 612	38,9	38,1
6	1,361 050	1,361 01	1,357 245	38,9	38,2
7	1,361 685	1,361 64	1,357 877	39,0	38,2
8	1,362 321	1,362 28	1,358 511	39,0	38,3
9	1,362 957	1,362 92	1,359 144	39,1	38,3
72,0	1,363 593	1,363 55	1,359 778	39,1	38,4
1	1,364 230	1,364 19	1,360 413	39,2	38,4
2	1,364 867	1,364 83	1,361 047	39,2	38,5
3	1,365 504	1,365 47	1,361 682	39,3	38,5
4	1,366 142	1,366 11	1,362 317	39,3	38,6
5	1,366 780	1,366 75	1,362 953	39,4	38,6
6	1,367 419	1,367 39	1,363 590	39,4	38,7
7	1,368 058	1,368 03	1,364 226	39,5	38,7
8	1,368 698	1,368 67	1,364 864	39,5	38,8
9	1,369 338	1,369 31	1,365 501	39,6	38,8
73,0	1,369 978	1,369 95	1,366 139	39,6	38,9
1	1,370 618	1,370 59	1,366 777	39,7	38,9
2	1,371 259	1,371 24	1,367 415	39,7	39,0
3	1,371 900	1,371 88	1,368 054	39,8	39,0
4	1,372 542	1,372 52	1,368 693	39,8	39,1
5	1,373 184	1,373 17	1,369 333	39,9	39,1
6	1,373 826	1,373 81	1,369 973	39,9	39,2
7	1,374 469	1,374 46	1,370 613	40,0	39,2
8	1,375 112	1,375 10	1,371 254	40,0	39,3
9	1,375 755	1,375 75	1,371 894	40,1	39,3
74,0	1,376 399	1,376 39	1,372 536	40,1	39,4
1	1,377 043	1,377 04	1,373 178	40,2	39,4
2	1,377 688	1,377 68	1,373 820	40,2	39,5
3	1,378 333	1,378 33	1,374 463	40,3	39,5
4	1,378 978	1,378 98	1,375 105	40,3	39,6
5	1,379 624	1,379 62	1,375 749	40,4	39,6
6	1,380 270	1,380 27	1,376 392	40,4	39,7
7	1,380 916	1,380 92	1,377 036	40,5	39,7
8	1,381 563	1,381 57	1,377 680	40,5	39,8
9	1,382 211	1,382 22	1,378 326	40,6	39,8
75,0	1,382 859	1,382 87	1,378 971	40,6	39,9
1	1,383 507	1,383 52	1,379 617	40,7	39,9
2	1,384 155	1,384 17	1,380 262	40,7	40,0
3	1,384 804	1,384 82	1,380 909	40,8	40,0
4	1,385 453	1,385 47	1,381 555	40,8	40,1
5	1,386 103	1,386 12	1,382 203	40,9	40,1

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht: Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15^0}{4}$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17,5}{17,5}$ 0	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20^0}{4}$ C.	Grade Baumé neue	alte
75,6	1,386 753	1,386 77	1,382 851	40,9	40,2
7	1,387 404	1,387 43	1,383 499	41,0	40,2
8	1,388 055	1,388 08	1,384 148	41,0	40,3
9	1,388 706	1,388 73	1,384 796	41,1	40,3
76,0	1,389 358	1,389 39	1,385 446	41,1	40,4
1	1,390 010	1,390 04	1,386 096	41,2	40,4
2	1,390 662	1,390 70	1,386 745	41,2	40,5
3	1,391 315	1,391 35	1,387 396	41,3	40,5
4	1,391 967	1,392 01	1,388 045	41,3	40,6
5	1,392 620	1,392 66	1,388 696	41,4	40,6
6	1,393 274	1,393 32	1,389 347	41,4	40,7
7	1,393 928	1,393 97	1,389 999	41,5	40,7
8	1,394 583	1,394 63	1,390 651	41,5	40,8
9	1,395 238	1,395 29	1,391 303	41,6	40,8
77,0	1,395 893	1,395 95	1,391 956	41,6	40,8
1	1,396 549	1,396 60	1,392 610	41,7	40,9
2	1,397 205	1,397 26	1,393 263	41,7	40,9
3	1,397 861	1,397 92	1,393 917	41,8	41,0
4	1,398 518	1,398 58	1,394 571	41,8	41,0
5	1,399 175	1,399 24	1,395 226	41,9	41,1
6	1,399 832	1,399 90	1,395 881	41,9	41,1
7	1,400 490	1,400 56	1,396 536	42,0	41,2
8	1,401 148	1,401 22	1,397 192	42,0	41,2
9	1,401 807	1,401 88	1,397 848	42,1	41,3
78,0	1,402 466	1,402 54	1,398 505	42,1	41,3
1	1,403 125	1,403 21	1,399 162	42,2	41,4
2	1,403 785	1,403 87	1,399 819	42,2	41,4
3	1,404 445	1,404 53	1,400 477	42,3	41,5
4	1,405 105	1,405 20	1,401 134	42,3	41,5
5	1,405 766	1,405 86	1,401 793	42,4	41,6
6	1,406 427	1,406 52	1,402 452	42,4	41,6
7	1,407 089	1,407 19	1,403 111	42,5	41,7
8	1,407 751	1,407 85	1,403 771	42,5	41,7
9	1,408 413	1,408 52	1,404 430	42,6	41,8
79,0	1,409 076	1,409 18	1,405 091	42,6	41,8
1	1,409 739	1,409 85	1,405 752	42,7	41,9
2	1,410 402	1,410 52	1,406 412	42,7	41,9
3	1,411 066	1,411 18	1,407 074	42,8	42,0
4	1,411 730	1,411 85	1,407 735	42,8	42,0
5	1,412 395	1,412 52	1,408 398	42,9	42,1
6	1,413 060	1,413 18	1,409 061	42,9	42,1
7	1,413 725	1,413 85	1,409 723	43,0	42,1
8	1,414 391	1,414 52	1,410 387	43,0	42,2
9	1,415 057	1,415 19	1,411 051	43,1	42,2
80,0	1,415 724	1,415 86	1,411 715	43,1	42,3
1	1,416 391	1,416 53	1,412 380	43,2	42,3
2	1,417 058	1,417 20	1,413 044	43,2	42,4
3	1,417 725	1,417 87	1,413 709	43,2	42,4
4	1,418 393	1,418 54	1,414 374	43,3	42,5

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht: Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}$°	Mategczek und Scheibler Versuchstemp. $\frac{17.5}{17.5}$°	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}$° C.	Grade Baumé neue	Grade Baumé alte
80,5	1,419 061	1,419 21	1,415 440	43,3	42,5
6	1,419 730	1,419 89	1,415 706	43,4	42,6
7	1,420 399	1,420 56	1,416 373	43,45	42,6
8	1,421 068	1,421 23	1,417 039	43,5	42,7
9	1,421 738	1,421 90	1,417 707	43,55	42,7
81,0	1,422 408	1,422 58	1,418 374	43,6	42,8
1	1,423 079	1,423 25	1,419 043	43,65	42,8
2	1,423 750	1,423 93	1,419 711	43,7	42,9
3	1,424 421	1,424 60	1,420 380	43,7	42,9
4	1,425 093	1,425 28	1,421 049	43,8	43,0
5	1,425 765	1,425 95	1,421 719	43,8	43,0
6	1,426 438	1,426 63	1,422 390	43,9	43,1
7	1,427 110	1,427 31	1,423 059	43,9	43,1
8	1,427 783	1,427 98	1,423 730	44,0	43,2
9	1,428 456	1,428 66	1,424 400	44,0	43,2
82,0	1,429 130	1,429 34	1,425 072	44,1	43,2
1	1,429 804	1,430 02	1,425 744	44,1	43,3
2	1,430 479	1,430 70	1,426 416	44,2	43,3
3	1,431 154	1,431 37	1,427 089	44,2	43,4
4	1,431 829	1,432 05	1,427 761	44,3	43,4
5	1,432 505	1,432 73	1,428 435	44,3	43,5
6	1,433 181	1,433 41	1,429 109	44,4	43,5
7	1,433 857	1,434 09	1,429 782	44,4	43,6
8	1,434 534	1,434 78	1,430 457	44,5	43,6
9	1,435 211	1,435 46	1,431 131	44,5	43,7
83,0	1,435 889	1,436 14	1,431 807	44,6	43,7
1	1,436 567	1,436 82	1,432 483	44,6	43,8
2	1,437 245	1,437 50	1,433 158	44,7	43,8
3	1,437 924	1,438 19	1,433 835	44,7	43,9
4	1,438 603	1,438 87	1,434 511	44,8	43,9
5	1,439 282	1,439 55	1,435 188	44,8	44,0
6	1,439 962	1,440 24	1,435 866	44,9	44,0
7	1,440 642	1,440 92	1,436 543	44,9	44,1
8	1,441 323	1,441 61	1,437 222	45,0	44,1
9	1,442 004	1,442 29	1,437 900	45,0	44,2
84,0	1,442 685	1,442 98	1,438 579	45,1	44,2
1	1,443 367	1,443 67	1,439 259	45,1	44,2
2	1,444 049	1,444 35	1,439 938	45,15	44,3
3	1,444 732	1,445 04	1,440 619	45,2	44,3
4	1,445 415	1,445 73	1,441 299	45,25	44,4
5	1,446 098	1,446 41	1,441 980	45,3	44,4
6	1,446 781	1,447 10	1,442 661	45,35	44,5
7	1,447 465	1,447 79	1,443 342	45,4	44,5
8	1,448 149	1,448 48	1,444 024	45,4	44,6
9	1,448 833	1,449 17	1,444 705	45,5	44,6
85,0	1,449 518	1,449 86	1,445 388	45,5	44,7
1	1,450 203	1,450 55	1,446 071	45,6	44,7
2	1,450 889	1,451 24	1,446 754	45,6	44,8
3	1,451 575	1,451 93	1,447 438	45,7	44,8

Gewichtsprozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht: Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}^0$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17,5}{17,5}^0$	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}^0$ C.	Grade Baumé neue	Grade Baumé alte
85,4	1,452 261	1,452 62	1,448 121	45,7	44,9
5	1,452 948	1,453 31	1,448 806	45,8	44,9
6	1,453 635	1,454 01	1,449 491	45,8	45,0
7	1,454 322	1,454 70	1,450 175	45,9	45,0
8	1,455 009	1,455 39	1,450 860	45,9	45,0
9	1,455 697	1,456 09	1,451 545	46,0	45,1
86,0	1,456 386	1,456 78	1,452 232	46,0	45,1
1	1,457 075	1,457 48	1,452 919	46,1	45,2
2	1,457 764	1,458 17	1,453 605	46,1	45,2
3	1,458 454	1,458 87	1,454 292	46,2	45,3
4	1,459 144	1,459 56	1,454 980	46,2	45,3
5	1,459 834	1,460 26	1,455 668	46,3	45,4
6	1,460 525	1,460 95	1,456 357	46,3	45,4
7	1,461 216	1,461 65	1,457 045	46,35	45,5
8	1,461 908	1,462 35	1,457 735	46,4	45,5
9	1,462 600	1,463 04	1,458 424	46,45	45,6
87,0	1,463 292	1,463 74	1,459 114	46,5	45,6
1	1,463 985	1,464 44	1,459 805	46,55	45,7
2	1,464 678	1,465 14	1,460 495	46,6	45,7
3	1,465 371	1,465 84	1,461 186	46,65	45,8
4	1,466 064	1,466 54	1,461 877	46,7	45,8
5	1,466 758	1,467 24	1,462 568	46,7	45,8
6	1,467 452	1,467 94	1,463 260	46,8	45,9
7	1,468 147	1,468 64	1,463 953	46,8	45,9
8	1,468 842	1,469 34	1,464 645	46,9	46,0
9	1,469 537	1,470 04	1,465 338	46,9	46,0
88,0	1,470 233	1,470 74	1,466 032	47,0	46,1
1	1,470 929	1,471 45	1,466 726	47,0	46,1
2	1,471 626	1,472 15	1,467 420	47,1	46,2
3	1,472 323	1,472 85	1,468 115	47,1	46,2
4	1,473 020	1,473 56	1,468 810	47,2	46,3
5	1,473 717	1,474 26	1,469 504	47,2	46,3
6	1,474 415	1,474 96	1,470 200	47,3	46,4
7	1,475 113	1,475 67	1,470 896	47,3	46,4
8	1,475 812	1,476 37	1,471 592	47,4	46,5
9	1,476 511	1,477 08	1,472 289	47,4	46,5
89,0	1,477 210	1,477 78	1,472 986	47,45	46,5
1	1,477 910	1,478 49	1,473 684	47,5	46,6
2	1,478 610	1,479 20	1,474 381	47,55	46,6
3	1,479 311	1,479 91	1,475 080	47,6	46,7
4	1,480 012	1,480 61	1,475 779	47,6	46,7
5	1,480 713	1,481 32	1,476 477	47,7	46,8
6	1,481 414	1,482 03	1,477 176	47,7	46,8
7	1,482 116	1,482 74	1,477 876	47,8	46,9
8	1,482 818	1,483 45	1,478 575	47,8	46,9
9	1,483 520	1,484 16	1,479 275	47,9	47,0
90,0	1,484 223	1,484 86	1,479 976	47,9	47,0
1	1,484 926	1,485 58	1,480 677	48,0	47,1
2	1,485 630	1,486 29	1,481 378	48,0	47,1

Gewichts-prozente Zucker oder Grade Brix	Spezifisches Gewicht:			Grade Baumé	
	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{15}{4}^0$	Mategczek und Scheibler, Versuchstemp. $\frac{17.5}{17.5}^0$	Wahre Dichte bei einer Versuchstemp. $+\frac{20}{4}^0$ C.	neue	alte
90,3	1,486 334	1,487 00	1,482 080	48,1	47,2
4	1,487 038	1,487 71	1,482 782	48,1	47,2
5	1,487 743	1,488 42	1,483 484	48,2	47,2
6	1,488 448	1,489 13	1,484 187	48,2	47,3
7	1,489 153	1,489 85	1,484 890	48,3	47,3
8	1,489 859	1,490 56	1,485 593	48,35	47,4
9	1,490 565	1,491 27	1,486 297	48,4	47,4
91,0	1,491 272	1,491 99	1,487 002	48,45	47,5
1	1,491 979	1,492 70	1,487 707	48,5	47,5
2	1,492 686	1,493 42	1,488 411	48,5	47,6
3	1,493 394	1,494 13	1,489 117	48,6	47,6
4	1,494 102	1,494 85	1,489 823	48.6	47,7
5	1,494 810	1,495 56	1,490 528	48,7	47,7
6	1,495 518	1,496 28	1,491 234	48,7	47,8
7	1,496 227	1,497 00	1,491 941	48,8	47,8
8	1,496 936	1,497 71	1,492 647	48,8	47,8
9	1,497 646	1,498 43	1,493 355	48,9	47,9
92,0	1,498 356	1,499 15	1,494 063	48,9	47,9
1	1,499 066	1,499 87	1,494 771	49,0	48,0
2	1,499 777	1,500 58	1,495 479	49,0	48,0
3	1,500 488	1,501 30	1,496 188	49,05	48,1
4	1,501 199	1,502 02	1,496 897	49,1	48,1
5	1,501 911	1,502 74	1,497 606	49,15	48,2
6	1,502 623	1,503 46	1,498 316	49,2	48,2
7	1,503 335	1,504 19	1,499 026	49,2	48,3
8	1,504 048	1,504 91	1,499 736	49,3	48,3
9	1,504 761	1,505 63	1,500 447	49,3	48,3
93,0	1,505 474	1,506 35	1,501 158	49,4	48,4
1	1,506 188	1,507 07	1,501 870	49,4	48,4
2	1,506 902	1,507 79	1,502 582	49,5	48,5
3	1,507 616	1,508 52	1,503 292	49,5	48,5
4	1,508 331	1,509 24	1,504 006	49,6	48,6
5	1,509 046	1,509 96	1,504 719	49,6	48,6
6	1,509 761	1,510 69	1,505 432	49,6	48,7
7	1,510 477	1,511 41	1,506 146	49,7	48,7
8	1,511 193	1,512 14	1,506 859	49,7	48,8
9	1,511 910	1,512 86	1,507 574	49,8	48,8
94,0	1,512 627	1,513 59	1,508 289	49,8	48,8
1	1,513 344	1,514 31	1,509 004	49,85	48,9
2	1,514 062	1,515 04	1,509 720	49,9	48,9
3	1,514 780	1,515 77	1,510 435	49,9	49,0
4	1,515 498	1,516 49	1,511 151	50,0	49,0
5	1,516 217	1,517 22	1,511 868	50,0	49,1
6	1,516 936	1,517 95	1,512 585	50,1	49,1
7	1,517 655	1,518 68	1,513 302	50,1	49,2
8	1,518 375	1,519 41	1,514 019	50,2	49,2
9	1,519 095	1,520 14	1,514 737	50,2	49,3
95,0	1,519 815	1,520 87	1,515 455	50,3	49,3

Inversionsmethode.

Wie schon früher (siehe S. 30) hervorgehoben wurde, basieren sich die rein chemischen Zuckerbestimmungsmethoden auf die Fähigkeit der Kohlenhydrate, alkalische Kupferoxydlösungen zu reduzieren. Besitzt ein Zucker selbst kein Reduktionsvermögen, so wird derselbe durch Inversion (siehe S. 2) in seine stets reduzierenden Komponenten zerlegt und mit Hilfe dieser bestimmt.

Da der Rohrzucker aus den früher (siehe S. 25) hervorgehobenen Gründen nicht reduzierend wirkt, so mufs derselbe, um seine Bestimmung auf chemischem Wege zu ermöglichen, in reduzierenden Zucker, Invertzucker, übergeführt werden. Hierzu arbeitet man, um stets gleichmäfsige Resultate zu erlangen, nach der von Herzfeld[1]) gegebenen Vorschrift, welche in allen ihren Einzelheiten streng einzuhalten ist.

Man wiegt das halbe Normalgewicht (13,0 g für wahre $\left(\frac{20}{4}{}^{0}\right)$, *13,024 g für Mohr'sche Kubikzentimeter) der zu untersuchenden Substanz ab, welches man mit 75 ccm Wasser in einem 100 ccm-Kölbchen auflöst. Nach dem Auflösen des Zuckers setzt man 5 ccm Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1,19 hinzu. Nun senkt man ein Thermometer in das Kölbchen und bringt letzteres in ein auf 70° C. angewärmtes Wasserbad, in welchem der Kolben so lange unter Umschwenken bewegt wird, bis das in demselben befindliche Thermometer 67° C. anzeigt. Hierzu sind ungefähr 3 Minuten erforderlich. Darauf läfst man das Kölbchen noch genau 5 Minuten ruhig im Wasserbade stehen, wobei aber zu beachten ist, dafs die Temperatur in demselben weder über 70° C. steigt, noch unter 67° C. fällt. Nun nimmt man den Kolben aus dem Wasserbade heraus und kühlt ihn durch Einstellen in kaltes Wasser schnell auf 20° C. ab — auch hierbei ist ein öfteres Umschwenken erforderlich, damit eine gleichmäfsige Temperatur des Kolbeninhaltes erreicht wird — spült darauf das Thermometer sorgfältig mit kaltem Wasser ab, füllt zur Marke auf und vermischt die Flüssigkeit durch kräftiges Schütteln.*

Diese so vorbereitete Invertzuckerlösung kann entweder zur Reduktionsmethode oder zur später zu besprechenden optischen Inversionsmethode benutzt werden.

[1]) Vereinszeitschrift 1888, 699. Ausführungsbestimmungen des Zuckersteuergesetzes vom 27. Mai 1896 und 1903.

Reduktionsmethoden.

---

a) Gewichtsanalytische Bestimmung.

Die reduzierende Wirkung der Kohlenhydrate beruht auf dem Umstande, dafs dieselben sehr leicht in Gegenwart von Basen Sauerstoff aufnehmen. In einer alkalischen Kupferoxydlösung wird also dem Kupferoxyd Sauerstoff entzogen, wobei sich dann das neu gebildete Kupferoxydul als ein in Wasser unlösliches rotes Pulver abscheidet. Je nach der Menge des reduzierenden Stoffes wird mehr oder weniger Oxydul abgeschieden, und die blaue Farbe der Lösung verschwindet dementsprechend.

Auch der Zucker zerfällt in verschiedene Produkte, wie Ameisensäure, Kohlensäure, Oxalsäure,[1] nach Maumené[2]) Hexepinsäure, Triejinsäure, Glykonsäure und niedrigere Säuren bis zur Kohlensäure herab, ferner in einen gummiartigen Körper und ein Gemenge nicht flüchtiger Säuren, worunter auch Tartronsäure ($C_3 H_4 O_5$).

Die Mengen, in welchen diese Körper entstehen, sind sehr wechselnde, denn dies hängt nicht nur allein von der Zusammensetzung der Kupferlösung ab, sondern auch von der Konzentration der Zuckerlösung oder von dem vorhandenen Kupferüberschusse. Ebenso ist die Zeit der Einwirkung von ganz besonderem Einflusse auf die Reduktion. Aus diesen Gründen mufste von einem konstanten Reduktionsfaktor Abstand genommen werden, und es sind für die Bestimmungen Tabellen aufgestellt worden, aus denen die einer gefundenen Menge Kupfer entsprechende Menge des reduzierenden Zuckers abgelesen werden kann. Wie aus dem soeben Gesagten hervorgeht, können mit Hilfe dieser Tabellen aber nur dann richtige Resultate erhalten werden, wenn man stets genau unter denselben Umständen arbeitet, unter denen die Tabellen aufgestellt worden sind. Jede, wenn auch nur geringe Abweichung beeinflufst die Ergebnisse und ist deshalb sorgfältig zu vermeiden. Für die nachfolgenden Bestimmungen sind die von Herzfeld[3]) gegebenen Vorschriften genauestens zu beachten.

Die in der Praxis am meisten gebrauchte alkalische Kupferoxydlösung ist die Fehling'sche Lösung, welche aus Kupfervitriol, Seignette-

---

[1]) Kiliani, Annalen 205, 191; Tollens, Berichte 16, 921.

[2]) J. Fabrik. d. S. 27, 29.

[3]) Vereinszeitschrift 1888, 715 und 1890, 786.

salz und Alkali bereitet wird. Ist eine derartige Lösung frisch hergestellt, so kann sie beliebig mit Wasser verdünnt und gekocht werden, ohne dafs sie sich zersetzt. Bei längerem Aufbewahren jedoch findet man häufig am Boden der Flasche rotes Kupferoxydul, selbst wenn man die Lösung unter Licht- und Luftabschlufs aufbewahrt hat. In diesem Falle ist dieselbe nicht mehr anwendbar. Aus diesem Grunde schlug Soxhlet vor, die Fehling'sche Lösung in zwei getrennten Flüssigkeiten herzustellen, und zwar soll die erstere die Kupfervitriollösung, die andere die alkalische Seignettesalzlösung enthalten. Auf diese Weise halten sich dieselben längere Zeit unverändert.

Die Fehling'sche Lösung bereitet man nach Soxhlet's Vorschrift folgendermafsen:

a) *Kupferlösung.* 34,639 g kristallisiertes Kupfervitriol werden mit Wasser zu 500 ccm gelöst und filtriert. Das reine käufliche Kupfervitriol wird zu diesem Zwecke unter Zusatz von einigen Tropfen Salpetersäure, um das vorhandene Eisensalz zu oxydieren, so umkristallisiert, dafs man ein feines Kristallmehl, welches keine Mutterlauge mehr einschliefst, erhält. Dies wird am besten so erreicht, dafs man die heifse gesättigte Kupfervitriollösung unter fortwährendem Umrühren erkalten läfst, die ausfallenden Kristalle mit der Wasserstrahlluftpumpe absaugt, darauf kurze Zeit zwischen Filtrierpapier trocknet und dann das noch etwas feuchte Kristallmehl in eine gut verschliefsbare Flasche füllt.

b) *Seignettesalz-Natronlauge.* 173 g kristallisiertes Seignettesalz werden in 400 ccm Wasser gelöst und dazu 100 ccm einer Natronlauge gefügt, welche 500 g reinstes Natriumhydrat in einem Liter enthält.

Diese letztere Lösung bereitet man sich auch vorteilhaft folgendermafsen:[1])

Seignettesalz-Natronlauge. 173 g Seignettesalz werden in einem Kochkolben in etwa $^1/_4$ l Wasser heifs gelöst, die Lösung in einen Kolben filtriert, der für 492 ccm eine Marke hat. Kochkolben und Filter werden mit etwas Wasser nachgewaschen, nach dem Erkalten zu 492 ccm aufgefüllt und alsdann 100 ccm Natronlauge von der vorher angegebenen Konzentration zugefügt.

Von diesen Lösungen mischt man vor dem Gebrauch gleiche Teile. Ein längeres Aufbewahren der fertigen Mischung ist, wie schon oben hervorgehoben wurde, nicht empfehlenswert.

Zur *Ausführung* einer Bestimmung pipettiert man von der nach obiger Vorschrift bereiteten Invertzuckerlösung 50 ccm in einen Literkolben und füllt mit destilliertem Wasser zur Marke auf. Nachdem die so verdünnte Lösung gut durchgeschüttelt ist, werden 25 ccm, welche

---

1) Baumann, Korrespondenzblatt 1892, No. 8.

0,1628 g des ursprünglichen Zuckers enthalten, in einen 250 ccm fassenden Erlenmeyer-Kolben gebracht und zwecks Neutralisation der freien Salzsäure mit 25 ccm einer Lösung von kohlensaurem Natron versetzt, welche 1,7 g Soda im Liter enthält. Hierauf fügt man 50 ccm frisch gemischte Fehling'sche Lösung hinzu und erhitzt schnell mit Hilfe eines Dreibrenners[1]) auf einem Drahtnetz zum Sieden. Um eine Überhitzung der Glaswände des Kolbens zu vermeiden, bedeckt man das Drahtnetz mit einem Stück starker Asbestpappe, aus welcher ein dem Kolbenboden entsprechendes kreisförmiges Stück herausgeschnitten ist. Durch die Überhitzung der Kolbenwände scheidet sich oft ein grüner Kupferniederschlag ab. Nach eingetretenem Kochpunkt, welcher von dem Moment an zu

---

[1]) Chemiker-Zeitung 1901, 25, No. 55. *Gasbrenner für eine und drei Flammen mit Wechselhahn.* Von F. Stolle. Die Notwendigkeit, bei der Bestimmung des Invertzuckergehaltes während des Erhitzens den dreiflammigen Brenner mit einem gewöhnlichen Einstrahl zu vertauschen, führte mich zu der Konstruktion des in den Fig. 42 u. 43 veranschaulichten Brenners. Durch eine einfache Hahndrehung kann aus dem *Dreibrenner* ein *Einbrenner* hergestellt werden, wobei letzterer sich beim Verlöschen des Dreibrenners *selbsttätig* entzündet. Natürlich kann auf dieselbe Weise aus dem *Einbrenner* ein *Dreibrenner* entstehen. Hierdurch empfiehlt sich dieser Brenner aufserordentlich bei der Invertzuckeranalyse, denn es wird wohl jedem Chemiker, welcher Invertzuckerbestimmungen auszuführen hat, die Bequemlichkeit, mit welcher das Umstellen vor sich geht, sofort in die Augen fallen. Ebenso ist es bei Veraschungen in der Platinmuffel sehr angebracht, zuerst bei etwas niedrigerer Temperatur, wie man dieselbe mit dem Einbrenner erhält, die Veraschung einzuleiten und dann bei höherer Hitze zu vollenden. Bei Operationen, die eine allmähliche Steigerung der Temperatur verlangen, oder im umgekehrten Falle, in welchem zuerst die stärkere Hitze anzuwenden ist, um dann bei erreichter Temperatur den Prozefs zu vollenden, ist der Brenner aufserordentlich zweckmäfsig; er erspart das lästige und durch die Unterbrechung der Hitzezufuhr häufig schädliche Wechseln des Brenners. Andererseits ermöglicht der Dreibrenner ein schnelles Anheizen von Wasserbädern, Ölbädern, Trockenschränken usw. Nachdem die gewünschte Temperatur erreicht ist, wird der Einbrenner zum Konstanthalten der Temperatur benutzt, also eine bedeutende Gasersparnis. Aus den Fig. 42 u. 43 sind die Stellungen des Hahnes zur Herstellung eines einflammigen bezw. dreiflammigen Brenners ersichtlich. Der gesetzlich geschützte Brenner wird ausschliefslich von der Firma Dr. Peters & Rost, Berlin N., geliefert.



Fig. 42. Fig. 43.
Ein- u. Dreistrahlbrenner nach Stolle.

rechnen ist, wo die Blasen von allen Teilen der Flüssigkeit aufsteigen und letztere stark zu wallen beginnt, kocht man mit kleinerer Flamme noch genau 3 Minuten lang weiter. Hierauf wird die Flamme entfernt und 100 ccm kaltes Wasser eingegossen. Dies hat den Zweck, die Flüssigkeit rasch abzukühlen und eine weitere Kupferreduktion zu vermeiden.

Nun wird durch ein gewogenes Asbestrohr mit Hilfe einer Wasserstrahlluftpumpe filtriert. Die Anwendung der Asbestrohre wurde zuerst von Soxhlet empfohlen. Es sind starkwandige, aus schwer schmelzbarem Glase hergestellte Rohre von etwa 2 cm Weite und 12—14 cm Länge, welche mit einem halb so langen, schwach konischen, oben einmal gekröpften Halse von 0,5 bis 0,7 cm Weite versehen sind. Um das Rohr für analytische Zwecke vorzubereiten, bringt man an die Stelle, an welcher die erste Verjüngung beginnt, einen kleinen, vielfach durchlöcherten Platinkonus, auf welchem man eine $1^1/_2$ bis 2 cm hohe Asbestschicht mäfsig fest andrückt. Der hierzu benutzte langfaserige Asbest mufs vorher einer Reinigung unterzogen werden, indem man denselben mehrere Male abwechselnd hintereinander mit 5 prozentiger Natronlauge, Salpetersäure und Wasser auskocht, darauf trocknet und glüht.



Fig. 44. Filtriervorrichtung für Asbestrohre.

Das gewogene Asbestrohr setzt man nun mittelst eines Gummikorkens auf eine Saugflasche, welche man mit einer Luftpumpe verbindet (Fig. 44). Das Wägen der Asbestrohre geschieht am besten mit der in Fig. 45 veranschaulichten Drahtschlinge, welche man aus einem Aluminiumdraht herstellt und an der Wage aufhängt. Selbstverständlich ist für alle Wägungen stets ein und derselbe Draht zu benutzen.

In das Asbestrohr giefst man einige Kubikzentimeter Wasser und setzt mit einem gut passenden Gummistopfen einen Trichter fest ein, auf welchen die zu filtrierende Flüssigkeit gegossen wird. Darauf stellt man die Luftpumpe an und sorgt dafür, dafs während der Filtration und bei dem darauf folgenden Auswaschen die Asbestschicht stets von etwas Flüssigkeit bedeckt ist. Das Kupferoxydul bringt man mittelst einer Federfahne in das Rohr, wobei am besten kaltes Wasser benutzt wird, und wäscht dann sowohl das Erlenmeyer-Kölbchen wie auch das Rohr mit 400 bis 500 ccm kochendem Wasser nach. Das im Asbest haftende

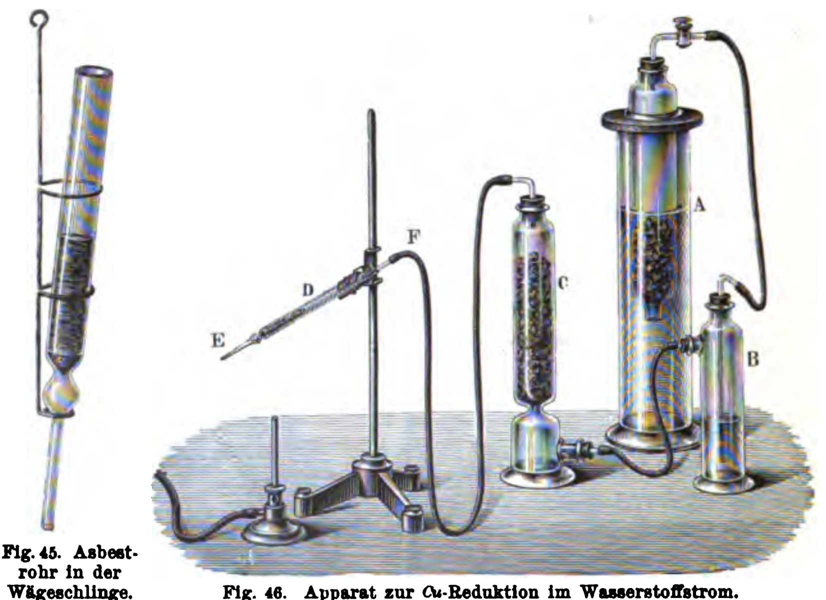


Fig. 45. Asbestrohr in der Wägeschlinge.

Fig. 46. Apparat zur Cu-Reduktion im Wasserstoffstrom.

Wasser wird durch Alkohol und dieser wiederum durch Äther verdrängt, worauf das Rohr im Trockenschranke getrocknet wird.

Ist das Rohr vollständig trocken, so verbindet man es an seinem ausgezogenen Ende mit einer Luftpumpe und saugt einen kräftigen Luftstrom durch Kupferoxydul und Asbest hindurch, wobei man die Stelle des Rohres, an welcher der Niederschlag liegt, zu schwachem Glühen erhitzt. Es geschieht dies, um das Oxydul in Oxyd überzuführen und um etwa ausgefallene organische Substanz, wie es bei Gegewart von Rohrzucker fast stets geschieht, zu verbrennen.

Nach dem Erkalten befestigt man das Rohr durch einen gut schliefsenden Gummistopfen an einem Wasserstoffentwicklungsapparat und leitet einen *langsamen Strom* möglichst arsenfreien Wasserstoffes durch die Oxydschicht und das Asbestlager hindurch (Fig. 46). Den Wasserstoff ent

wickelt man am besten in einem Kipp'schen Apparate *A*, welcher in der mittleren Kugel granuliertes Zink enthält, auf welches man verdünnte Schwefelsäure (1 Teil konzentrierte Schwefelsäure in 10 Teilen Wasser) einwirken läfst. Das aus dem Hahn strömende Wasserstoffgas wird in *B* gewaschen und in *C* durch Chlorkalzium getrocknet. Da ein Gemisch von Wasserstoff und Luft (Knallgas) sehr heftig explodiert, wenn es entzündet wird, so darf das zu reduzierende Kupferoxyd nicht eher erwärmt werden, als bis man sich überzeugt hat, dafs in dem Rohre wirklich eine reine Wasserstoffatmosphäre vorhanden ist. Hierzu stülpt man einen dünnen Gummischlauch von ca. 10 cm Länge über den ausgezogenen Teil der Röhre und leitet das daraus entströmende Gas in ein Reagenzgläschen, dessen Öffnung man nach 1 bis 2 Minuten mit dem Daumen verschliefst und einer Flamme nähert, wobei man den Daumen entfernt. War noch Knallgas vorhanden, so entzündet sich dasselbe beim Öffnen des Rohres mit einem lauten, eigentümlich schreienden Knall, wogegen bei reinem Wasserstoff keine Detonation entsteht, sondern das Gas ruhig in das Rohr hinein brennt.

Hat man sich also von der Abwesenheit von Knallgas überzeugt, so erwärmt man vorsichtig den Teil des Rohres, an welchem sich das Kupferoxyd befindet. Die Reduktion geht rasch vor sich, wobei sich zugleich Wasser in dem dünnen Teil der Röhre kondensiert.

$$CuO + 2H = Cu + H_2O.$$

Durch vorsichtiges Erwärmen treibt man das Wasser in den Schlauch, entfernt diesen, läfst das Rohr im Wasserstoffstrome erkalten, wischt noch etwa vorhandene Wasserspuren mit Fliefspapier aus dem Ende der Verjüngung und wägt in der schon vorher benutzten Drahtschlinge. Die Differenz zwischen beiden Wägungen ist die gesuchte Kupfermenge.

Farnsteiner[1]) empfahl, um die Reduktion des Oxydes zu Metall zu umgehen, nach der Oxydation des Oxydules zu wiegen und das erhaltene Oxyd durch Multiplikation mit dem Faktor 0,7983 auf Kupfer umzurechnen. Es geht dies wohl bei kleinen, unter 0,1 g Oxyd liegenden Mengen, darüber hinaus kann es nicht empfohlen werden, da so stets mehr Kupfer gefunden wird, als sich berechnen läfst.

Ist man nicht in der Lage, mit Asbestrohr und Saugvorrichtung arbeiten zu können, so filtriert man durch ein aschenarmes Papierfilter,[2]) wäscht mit kaltem Wasser und dann, nachdem keine blaue Flüssigkeit mehr abläuft, mit 200 bis 400 ccm heissem Wasser nach. Nach dem

[1]) Vereinszeitschrift 1895, 884.

[2]) Bei den jetzt käuflichen analytischen Filtern ist auf jedem Paket der Aschengehalt eines Filters angegeben, welcher nach der Veraschung vom erhaltenen Gewichte abzuziehen ist.

Trocknen des Filtrats verbrennt man letzteres in einem gewogenen Rose'schen Porzellantiegel mit durchbohrtem Deckel oder in einem Platinschälchen mit durchbohrtem Deckel und leitet hierauf durch ein Porzellanrohr Wasserstoff darauf. Hierbei ist natürlich ebenso sorgfältig zu beachten, dafs sich kein Knallgas mehr im Apparate befindet (siehe oben). Man entzündet nun das ausströmende Gas und senkt das Ende des Röhrchens so durch den Deckel des Tiegels resp. der Schale, dafs die an demselben befindliche kleine Porzellanscheibe die Öffnung völlig verschliefst. Nach einigen Minuten ist das Kupferoxyd reduziert; man entfernt nun die Gasflamme, löscht durch Zusammenpressen des Schlauches die Wasserstoffflamme aus und läfst im Wasserstoffstrome erkalten. Durch Wägung erhält man das gesuchte Kupfergewicht, aus welchem man mit Hilfe der Herzfeld'schen Tabelle direkt den entsprechenden Rohrzuckergehalt der untersuchten Substanz abliest.

(Siehe Tabelle V, S. 121.)

Beispiel. Ein invertzuckerhaltiger Raffinerieablauf soll auf seinen Gesamtzuckergehalt (als Rohrzucker berechnet) untersucht werden. Das halbe Normalgewicht Sirup wurde nach vorstehenden Angaben invertiert und zu 100 ccm aufgefüllt. 50 ccm davon wurden zu einem Liter verdünnt und von dieser Lösung 25 ccm zur Bestimmung verwendet. Das Oxydul wurde im Asbestrohr abfiltriert, dann oxydiert und zu metallischem Kupfer reduziert.

Rohr + Kupfer	= 56,7894 g
Rohr	= 56,5943 „
Kupfer	= 0,1951 g.

Aus vorstehender Tabelle ergibt sich für 195,1 mg Kupfer 60,69 Prozent Gesamtzucker, berechnet als Rohrzucker.

b) Mafsanalytische Bestimmungen.

1. Nach Soxhlet.[1]

Wie schon oben (siehe S. 114) hervorgehoben wurde, ist das Reduktionsverhältnis der Fehling-Soxhlet'schen Kupferlösung von der Konzentration abhängig. Deshalb ist ein jeder für dasselbe gefundene Wert stets nur für die Konzentration gültig, bei welcher er bestimmt wurde. Will man also zu gleichmäfsigen Resultaten gelangen, so mufs stets unter annähernd gleichbleibenden Verhältnissen der Konzentration gearbeitet werden.

Die Soxhlet'sche mafsanalytische Bestimmung der reduzierenden Zucker (oder der in reduzierende Zucker übergeführten nicht reduzierenden

[1]) Journal für praktische Chemie II, 21, 227.

Tabelle V.

Tabelle zur Berechnung des dem vorhandenen Invertzucker entsprechenden prozentischen Rohrzuckergehaltes aus der gefundenen Kupfermenge bei 3 Minuten Kochdauer und Anwendung von 0,1628 g Substanz (Herzfeld).

Kupfer mg	Rohrzucker %	Kupfer mg	Rohrzucker %	Kupfer mg	Rohrzucker %	Kupfer mg	Rohrzucker %	Kupfer mg	Rohrzucker %	Kupfer mg	Rohrzucker %
79	24,57	111	34,27	143	44,16	174	53,95	205	63,93	236	74,18
80	24,87	112	34,58	144	44,48	175	54,27	206	64,26	237	74,51
81	25,17	113	34,88	145	44,79	176	54,59	207	64,58	238	74,84
82	25,47	114	35,19	146	45,10	177	54,91	208	64,91	239	75,17
83	25,78	115	35,49	147	45,42	178	55,23	209	65,23	240	75,50
84	26,08	116	35,80	148	45,73	179	55,55	210	65,56	241	75,83
85	26,38	117	36,10	149	46,05	180	55,87	211	65,89	242	76,17
86	26,68	118	36,41	150	46,36	181	56,19	212	66,22	243	76,51
87	26,98	119	36,71	151	46,68	182	56,51	213	66,55	244	76,84
88	27,29	120	37,01	152	46,99	183	56,83	214	66,88	245	77,18
89	27,59	121	37,32	153	47,30	184	57,15	215	67,21	246	77,51
90	27,89	122	37,63	154	47,62	185	57,47	216	67,55	247	77,85
91	28,19	123	37,94	155	47,93	186	57,79	217	67,88	248	78,18
92	28,50	124	38,25	156	48,25	187	58,11	218	68,21	249	78,52
93	28,80	125	38,56	157	48,56	188	58,43	219	68,54	250	78,85
94	29,10	126	38,87	158	48,88	189	58,75	220	68,87	251	79,19
95	29,40	127	39,18	159	49,19	190	59,07	221	69,20	252	79,53
96	29,71	128	39,49	160	49,50	191	59,39	222	69,53	253	79,88
97	30,02	129	39,80	161	49,82	192	59,72	223	69,87	254	80,22
98	30,32	130	40,11	162	50,13	193	60,04	224	70,20	255	80,56
99	30,63	131	40,42	163	50,45	194	60,36	225	70,53	256	80,90
100	30,93	132	40,73	164	50,76	195	60,69	226	70,86	257	81,24
101	31,24	133	41,04	165	51,08	196	61,01	227	71,19	258	81,59
102	31,54	134	41,35	166	51,40	197	61,33	228	71,53	259	81,93
103	31,85	135	41,66	167	51,72	198	61,65	229	71,86	260	82,27
104	32,15	136	41,98	168	52,04	199	61,98	230	72,19	261	82,61
105	32,45	137	42,29	169	52,35	200	62,30	231	72,52	262	82,95
106	32,76	138	42,60	170	52,67	201	62,63	232	72,85	263	83,30
107	33,06	139	42,91	171	52,99	202	62,95	233	73,18	264	83,64
108	33,36	140	43,22	172	53,31	203	63,28	234	73,51	265	83,98
109	33,67	141	43,53	173	53,63	204	63,60	235	73,85	266	84,32
110	33,97	142	43,85								

Kohlenhydrate) ermittelt, wieviel Kupferlösung von bestimmtem Wirkungswert erforderlich ist, um das Reduktionsverhältnis einer angewendeten Zuckermenge zu sättigen.

Nach den vorher (siehe S. 114) geschilderten Reduktionsvorgängen wird die blaue Fehling'sche Lösung unter Ausscheidung von Kupferoxydul entfärbt. Dieser Punkt, an welchem der Kupfergehalt erschöpft ist, kann durch geeignete Reaktionen mit aller Sicherheit festgestellt werden. Hierzu benutzt man eine Lösung von gelbem Blutlaugensalz (Kaliumferrocyanid), welches aus Kupferlösungen das Kupfer als rotbraunes Ferrocyankupfer ausfällt.

Um den Titer (Wirkungswert) der Fehling-Soxhlet'schen Lösung festzustellen, bedient man sich einer auf folgende Weise hergestellten Invertzuckerlösung:

9,5 g chemisch reiner, trockener Rohrzucker werden genau nach der auf S. 113 beschriebenen Vorschrift invertiert und das 100 ccm-Kölbchen nach dem Abkühlen auf die Normaltemperatur zur Marke aufgefüllt. Nach gutem Umschütteln sind dann in einem jeden Kubikzentimeter 0,1 g Invertzucker vorhanden. (Wie schon früher hervorgehoben, geht die Bildung des Invertzuckers unter Wasseraufnahme vor sich.) 50 ccm = 5 g Invertzucker bringt man in einen Literkolben, fügt bis zur völligen Neutralisation Natriumkarbonat-Lösung hinzu und füllt zur Marke auf. Durch ein in die Lösung geworfenes Stück Lackmuspapier ist der Neutralisationspunkt leicht zu erkennen. Auf diese Weise erhält man eine Lösung, von welcher jeder Kubikzentimeter 0,005 g Invertzucker enthält.

In einer 14 bis 15 cm weiten Porzellanschale mischt man dann 50 ccm Fehling's Lösung, fügt 50 ccm Wasser hinzu und erhitzt bis zum Kochen. Nun läſst man die Invertzuckerlösung aus einer Bürette langsam nach und nach einfließsen, wobei in den Zwischenzeiten lebhaft mit einem Glasstabe gerührt wird. Dies setzt man so lange fort, bis man nach dem Absitzen des Kupferoxydules erkennen kann, daſs die Intensität der blauen Farbe verschwindet. Der weitere Verlauf der Reaktion wird nun mit der Ferrocyankaliumlösung folgendermaſsen kontrolliert: Man tropft etwas von der mit Essigsäure stark angesäuerten Lösung auf ein Stück Filtrierpapier. Zu diesem Zwecke verwendet man vorteilhaft das von der Papierfabrik Schleicher & Schüll (Düren) in den Handel gebrachte Tupfreaktionspapier und bringt mit einem Glasstabe einen Tropfen der heiſsen Flüssigkeit dergestalt neben den Blutlaugensalzfleck, daſs sich beide Flecke auf dem Papier selbst vereinigen. Tritt nun an der Berührungsstelle die durch die entstehende braunrote Färbung erkenntliche Reaktion ein, so ist noch Kupfer im Überschusse vorhanden, und es muſs sowohl mit dem Kochen als auch mit dem tropfenweisen Zusatz der Invertzucker-

lösung so lange fortgefahren werden, bis man den Punkt erreicht, an welchem keine Farbenreaktion zwischen den Flecken mehr auftritt. Durch einen zweiten und dritten Versuch ist es nunmehr leicht, den ersten Befund zu kontrollieren.

Aus den verbrauchten Kubikzentimetern Invertzuckerlösung ersieht man den Wirkungswert der Fehling'schen Lösung.

Nach Soxhlet entsprechen 50 ccm Fehling'scher Lösung bei 2 Minuten Kochdauer in einprozentiger Lösung 0,2470 g Invertzucker. Von der verdünnten Invertzuckerlösung enthält jeder Kubikzentimeter 0,005 g Invertzucker, es würden also zur Vollendung der Reaktion 49,4 ccm erforderlich sein.

Soll nun ein zuckerhaltiges Produkt auf seine Gesamtzuckermenge (als Rohrzucker berechnet) untersucht werden, so verfährt man folgendermaſsen:

Beispiel. Es wurde das halbe Normalgewicht eines Sirups invertiert und zu 100 ccm aufgefüllt. 50 ccm der Lösung werden zu 1 l verdünnt, nachdem mit kohlensaurem Natron neutralisiert wurde. Ein jeder Kubikzentimeter entspricht somit 0,006512 g Sirup. Von dieser Lösung wurden zur Reduktion von 50 ccm Fehling'scher Lösung 65,3 ccm verbraucht. Diese haben mithin denselben Wirkungswert als wie die 49,4 ccm der normalen Invertzuckerlösung. Es ergibt sich also hieraus 65,3 . 0,006512 = 0,4252 g des Sirupes, welcher nach der Gleichung

$$0{,}4252 : 0{,}2470 = 100 : x = 58{,}09 \text{ Prozent Invertzucker}$$

nach der Inversion enthält.

Nun entsprechen 0,95 Teile Rohrzucker 1 Teil Invertzucker, mithin sind die gefundenen Invertzuckerprozente noch mit 0,95 zu multiplizieren, um den gewünschten Gesamtzucker, als Rohrzucker ausgedrückt, zu erhalten.

Der Sirup enthielt also

$$58{,}09 \,.\, 0{,}95 = 55{,}18 \text{ Prozent Gesamtzucker.}$$

2. Nach Stolle.[1])

Diese sehr bequeme Arbeitsweise gründet sich auf der Parkes'schen Kupferbestimmung vermittelst Cyankaliumlösung[2]) und beruht auf der Entfärbung blauer ammoniakalischer Kupferoxydlösungen durch Cyankalium, unter Bildung des farblos löslichen Kaliumkupfercyanürs.

Die Reaktion geht nach folgender Gleichung vor sich:

$$2\,(CuN_2O_6\,.\,4\,NH_3) + 5\,KCN + H_2O =$$
$$Cu_2(CN)_2\,.\,2\,KCN + KCNO + 2\,KNO_3 + 2\,NH_4NO_3 + 6\,NH_3.$$

---

1) Vereinszeitschrift 1901, 111.

2) Balling, Probierkunde 1879, 274; Lunge, Chem.-techn. Untersuchungsmethoden Bd. II, 204.



Der Gehalt der Fehling'schen Lösung an Kupfer ist bekannt. Wird dieselbe also in genau abgemessener Menge mit einer reduzierenden Lösung gekocht, so kann der durch die Reduktion verminderte Kupfergehalt nachher quantitativ bestimmt werden.

Herstellung der Cyankaliumlösung. Die zur Titration erforderliche Cyankaliumlösung wird durch Auflösen von 100 g reinstem käuflichen Cyankalium (98 Prozent) zu 1 l hergestellt und ihr Titer auf Kupfer vermittelst einer Lösung von chemisch reinem Kupfer in Salpetersäure oder von frisch umkristallisiertem Kupfervitriol festgestellt. Diese Lösung heifst Normallösung. Zur Analyse selbst wird mit einer vermittelst dieser Normallösung hergestellten $^1/_4$ Normallösung gearbeitet. Diese bereitet man sich durch Verdünnung von 250 ccm Normallösung auf 1 l.

Titerstellung. 1. 1 g elektrolytisches Kupfer wird in 10 ccm Salpetersäure vom spezifischen Gewicht 1,2 unter Erwärmen gelöst und verlustlos in einen Literkolben gespült. Darauf setzt man so viel Ammoniak und von einer wässerigen Auflösung von Ammoniumkarbonat 1 : 5 hinzu, bis die tiefblaue Farbe des Kupferoxydammoniaks verbleibt, und füllt zur Marke auf. Jeder Kubikzentimeter entspricht nun 0,001 g metallischem Kupfer.

2. 7,867 g frisch hergestelltes Kupfervitriol (kleine, zwischen Fliefspapier abgeprefste Kristalle, siehe S. 115) werden zu 500 ccm gelöst, wie vorhin Ammoniak und Ammoniumkarbonatlösung 1 : 5 hinzugefügt und zur Marke aufgefüllt. Jeder Kubikzentimeter entspricht alsdann 0,004 g metallischem Kupfer.

Zur Titerstellung werden 50 ccm der z. B. nach 2 hergestellten Kupferlösung in eine Porzellanschale gebracht und dann läfst man aus einer in $^1/_{10}$ ccm geteilten Bürette langsam die Normalcyanlösung unter lebhaftem Umrühren hinzufliefsen. Die anfangs tiefblaue Lösung wird nach und nach heller und nimmt einen violetten Ton an. Dies ist das Zeichen der nahen Vollendung der Reaktion. Nun fährt man mit dem tropfenweisen Zugeben der Cyanlösung fort, bis die in der Porzellanschale befindliche Flüssigkeit nur noch äufserst schwach violett gefärbt ist. Tritt nach einigen Sekunden völlige Entfärbung ein, so ist die Reaktion beendet. Im anderen Falle setzt man noch einen Tropfen hinzu, worauf die eintretende Entfärbung die Beendigung der Titration anzeigt.

Die verbrauchten Kubikzentimeter zeigen an, wieviel Cyankaliumlösung erforderlich war, um 50 ccm = 0,2 g Kupfer zu entfärben. Durch Division erfährt man dann die einem Kubikzentimeter entsprechende Menge metallischen Kupfers. Diese Zahl ist der Titer der Cyankaliumlösung.

Beispiel. 50 ccm der nach z. B. Titerstellung 2 der obigen Vorschriften hergestellten Kupferlösung beanspruchen zu ihrer vollständigen Entfärbung 22,52 ccm Cyankaliumlösung. Der Titer derselben ist also

$$22,52 : 0,2 = 0,00887 \text{ g Kupfer.}$$

Jeder Kubikzentimeter entspricht also 0,00887 g Kupfer.

Zur Erreichung einer gröfseren Genauigkeit stellt man sich mit Hilfe dieser Normallösung eine $^1/_4$ Normallösung her und benutzt diese zur Ausführung der Bestimmungen.

Zur Aufbewahrung der Cyankaliumlösung verwendet man mit grofsem Vorteil einen Titrierapparat nach Knöfler (Fig. 47). Bei der Benutzung dieses von der Firma Max Kähler & Martini-Berlin in vorzüglicher Güte hergestellten Apparates hat man die Annehmlichkeit, das Umgiefsen der Cyanlösung aus der Aufbewahrungsflasche in die Bürette zu vermeiden. Aufserdem arbeitet man dann stets mit derselben Bürette.



Fig. 47. Titrierapparat nach Knöfler.

Ammoniak-Ammoniumkarbonatlösung. Um das Kupfer der Fehling'schen Lösung in Kupferoxydammoniak überzuführen, dient folgende Lösung: 100 ccm konzentriertes Ammoniak werden mit 50 g reinem Ammoniumkarbonat zu 500 ccm gelöst. Zur Analyse werden hiervon 40 ccm genommen.

Ausführung einer Bestimmung. 25 ccm der nach Vorschrift (siehe S. 113) hergestellten verdünnten Invertzuckerlösung werden mit 25 ccm Natriumkarbonatlösung versetzt und mit 50 ccm Fehling's Lösung genau in der vorgeschriebenen Weise 3 Minuten lang gekocht, worauf 50 ccm kaltes destilliertes Wasser eingegossen werden. Nun spült man alles schnell und verlustlos in einen 250 ccm-Kolben, kühlt auf die Normaltemperatur ab und füllt zur Marke auf. Hierauf filtriert man, nachdem gut geschüttelt wurde, durch ein dichtes, gut bedecktes Filter. 50 ccm des Filtrates werden in eine Porzellanschale pipettiert, mit 40 ccm der Ammoniak-Ammoniumkarbonatlösung versetzt und mit $^1/_4$ Normal-Cyankaliumlösung titriert.

Die verbrauchten Kubikzentimeter werden durch 4 dividiert, um die Anzahl Kubikzentimeter Normallösung zu erhalten. Diese werden mit 5 und dann das Produkt mit dem Titer der Normallösung multipliziert. Die auf diese Weise berechneten nicht reduzierten Milligramme Kupfer werden von der ursprünglichen, in 50 ccm Fehling's Lösung vorhandenen Kupfermenge abgezogen. Die Differenz gibt das reduzierte Kupfer in Milligrammen an, aus welchen man dann in der Herzfeld'schen Tabelle (S. 121) ohne weiteres den Gesamtzuckergehalt (als Rohrzucker berechnet) ablesen kann.

Bemerkungen zu der Bestimmung. Der Gehalt der Fehling'schen Lösung an metallischem Kupfer ist bekannt. Da 500 ccm Fehling's Lösung I (blau) 34,639 g frisch hergestelltes Kupfervitriol oder 8,8052 g metallisches Kupfer enthalten, so sind in 25 ccm dieser Lösung oder in 50 ccm gemischter Fehling's Lösung 0,44026 g Kupfer vorhanden.

Gut ist es natürlich, von Zeit zu Zeit den Gehalt der Kupferlösung auf dieselbe Weise wie bei der Ausführung der Analyse neu festzustellen. Es sind die Schwankungen des Kupfergehaltes so gering, dafs, wenn man stets nur 1 l Kupferlösung herstellt, der Titer derselben als konstant zu betrachten ist.

Beispiel. Ein Ablauf wurde nach den gegebenen Vorschriften behandelt, 25 ccm der zu 1 Liter verdünnten Lösung mit 50 ccm Fehlingscher Lösung 3 Minuten gekocht, zu 250 ccm aufgefüllt, filtriert und 50 ccm des Filtrates mit der $^1/_4$ Normalcyanlösung titriert.

50 ccm erforderten 19,3 ccm $^1/_4$ Normallösung.

$$\frac{19{,}3}{4} = 4{,}825 \ ^1/_1 \text{ Normallösung.}$$

4,825 . 5 = 24,125 ccm $^1/_1$ Normalcyanlösung für 50 ccm Fehling's Lösung.

Der Titer der $^1/_1$ Normallösung ist 0,00887, also sind vorhanden

24,125 . 0,00887 = 0,21398 mg Kupfer.

Kupfergehalt der Fehling'schen Lösung	0,44026 g Kupfer.
Gefunden nach der Reduktion	0,21398 „ „
	= 0,22628 g reduziertes Kupfer.

Nach der Herzfeld'schen Tabelle entsprechen 226,2 mg Kupfer 70,99 Prozent Gesamtzucker als Rohrzucker berechnet.

Optische Methode.

Zur Ausführung der optischen Inversionsmethode zwecks Ermittelung des Zuckergehaltes einer Substanz, sowie zur Kontrolle der direkten Polarisation invertzuckerhaltiger Produkte benutzt man die zuerst von Clerget[1]) beschriebene und später von Herzfeld[2]) verbesserte Inversionsmethode.

Dieselbe beruht darauf, dafs die Rechtsdrehung einer Rohrzuckerlösung nach der Inversion in eine Linksdrehung übergeht. Eine 100° rechtsdrehende Zuckerlösung zeigt nach völliger Inversion (siehe S. 2) eine Linksdrehung von — 42,66° bei 0° C. Diese Linksdrehung nimmt für jeden Grad Celsius bei zunehmender Temperatur um 0,5° ab (siehe S. 18); bei 20° C. wird sie also eine Linksdrehung von — 32,66° zeigen. Ist die Inversions-Polarisation nicht genau bei 20° C. ausgeführt, so gestattet die Hammerschmidt'sche Formel[3]) die Berechnung auf die Normaltemperatur.

Die Werte, welche vermittelst dieser Methode bei peinlicher Einhaltung der Vorschriften gefunden werden, sind absolut genau, und empfiehlt es sich, letztere besonders dann anzuwenden, wenn zugleich Invertzucker oder auch Raffinose neben Rohrzucker vorhanden ist. Selbstverständlich ist hierbei erforderlich, dafs der Invertzucker unverändert vorliegt. Ebenso mufs wirklich Raffinose und kein Gemenge anderer, optisch ähnlich wirkender Stoffe gegenwärtig sein.

Das halbe Normalgewicht der zu untersuchenden Substanz wird genau nach der auf S. 113 gegebenen Vorschrift invertiert, auf 20° C. abgekühlt und zu 100 ccm aufgefüllt. Bei der Untersuchung sehr dunkel gefärbter Lösungen setzt man 1—2 g extrahierte Knochenkohle hinzu, worauf man kräftig schüttelt und dann den Inhalt des Kölbchens filtriert. Ist nicht genügend entfärbt worden, so giefst man die Lösung mehrere Male auf das Filtrat zurück, bis die gewünschte Aufhellung erreicht ist.

Das Filtrat bringt man in ein mit einem Wassermantel versehenes 200 mm-Rohr, wie es in Fig. 27 (S. 66) abgebildet ist, befestigt in dem Stutzen ein genaues, in $^1/_{10}$ Grade geteiltes Normalthermometer und läfst

---

1) Annal. d. Chim. et Phys. (3), 26, 201.

2) Vereinszeitschrift 1890, 165.

3) Ebenda 1890, 200.

nun aus einem höher stehenden Reservoir Wasser von 20° durch den Mantel laufen. Hat sich das Thermometer konstant eingestellt, so liest man die Temperatur ab, zieht es sodann herauf und polarisiert sofort.

Nun löst man das Normalgewicht der zu untersuchenden Substanz zu 100 ccm auf und führt eine direkte Polarisationsbestimmung aus.

Nach den folgenden Formeln[1]) und Tabellen lassen sich dann die gefundenen Werte berechnen.

Beispiel I.

Direkte Polarisation . . . . . $P = 94,3$,
Inversions-Polarisation bei 18,5° C. $J_{18,5} = -30,5$ auf das ganze Normalgewicht umgerechnet.

Die Summe der direkten und Inversions-Polarisation . . . . $S = 124,8$.

Die Temperaturdifferenz von der Normaltemperatur 20° beträgt

$$1,5^0 = t_{20} - t.$$

Rohrzucker nach der verbesserten Clerget'schen Formel:

$$Z = \frac{100 \,.\, S}{132,66} \text{ bei genau } 20^0, \quad \text{oder} \quad Z \text{ (Rohrzucker)} = \frac{100 \,.\, S}{142,66 - \frac{t}{2}},$$

wenn die Inversions-Polarisation bei einer von 20° C. abweichenden Temperatur festgestellt wurde.

Rohrzucker nach der Raffinoseformel:

$$Z = \frac{0,5124 \,.\, P - J_{20}}{0,839}.$$

P = direkte Polarisation.
J_{20} = die auf das ganze Normalgewicht und auf 20° C. korrigierte Inversions-Polarisation (siehe Tabelle VI).

(Hierher Tabelle VI, S. 129.)

B. Zucker nach Clerget.

$$Z = \frac{100 \,.\, S}{132,66} = 0,75380 \,.\, S.$$

	0,75380		0,75380
1	0,7538	8	6,0304
2	1,5076	9	6,7842
3	2,2614	10	7,5380
4	3,0152	11	8,2918
5	3,7690	12	9,0456
6	4,5228	13	9,7994
7	5,2766		

[1]) Herzfeld, Vereinszeitschrift 1890, 165, und Baumann, Korrespondenzblatt 1891, No. 3. Aus letzterer Abhandlung sind auch die Beispiele entnommen.

Tabelle VI.

A. Temperaturkorrektion nach Hammerschmidt.

$$J_{20} = J_t + 0{,}0038 \, . \, S \, . \, (20 - t).$$

$S =$	134	132	130	128	126	124	122	120	118	116	114	112	110	105	100	95	90
$20 - t = 1$	0,51	0,50	0,49	0,49	0,48	0,47	0,46	0,46	0,45	0,44	0,43	0,43	0,42	0,40	0,38	0,36	0,34
2	1,02	1,00	0,99	0,97	0,96	0,94	0,93	0,91	0,90	0,88	0,87	0,85	0,84	0,80	0,76	0,72	0,68
3	1,53	1,50	1,48	1,46	1,44	1,41	1,39	1,37	1,35	1,32	1,30	1,28	1,25	1,20	1,14	1,08	1,03
4	2,04	2,01	1,98	1,95	1,92	1,88	1,85	1,82	1,79	1,76	1,73	1,70	1,67	1,60	1,52	1,44	1,37
5	2,55	2,51	2,47	2,43	2,39	2,36	2,32	2,28	2,24	2,20	2,17	2,13	2,09	2,00	1,90	1,81	1,71
6	3,06	3,01	2,96	2,92	2,87	2,83	2,78	2,74	2,69	2,64	2,60	2,55	2,51	2,39	2,28	2,17	2,05
7	3,56	3,51	3,46	3,40	3,35	3,30	3,25	3,19	3,14	3,09	3,03	2,98	2,93	2,79	2,66	2,53	2,39
8	4,07	4,01	3,95	3,89	3,83	3,77	3,71	3,65	3,59	3,53	3,47	3,40	3,34	3,19	3,04	2,89	2,74
9	4,58	4,51	4,45	4,38	4,31	4,24	4,17	4,10	4,04	3,97	3,90	3,83	3,76	3,59	3,42	3,25	3,08

$S =$	85	80	75	70	65	60	55	50	45	40	35	30	25	20	15	10	5
$20 - t = 1$	0,32	0,30	0,29	0,27	0,25	0,23	0,21	0,19	0,17	0,15	0,13	0,11	0,10	0,08	0,06	0,04	0,02
2	0,65	0,61	0,57	0,53	0,49	0,46	0,42	0,38	0,34	0,30	0,27	0,23	0,19	0,15	0,11	0,08	0,04
3	0,97	0,91	0,86	0,80	0,74	0,68	0,63	0,57	0,51	0,46	0,40	0,34	0,29	0,23	0,17	0,11	0,06
4	1,29	1,22	1,14	1,06	0,99	0,91	0,84	0,76	0,68	0,61	0,53	0,46	0,38	0,30	0,23	0,15	0,08
5	1,62	1,52	1,43	1,33	1,24	1,14	1,05	0,95	0,86	0,76	0,67	0,57	0,48	0,38	0,29	0,19	0,10
6	1,94	1,82	1,71	1,60	1,48	1,37	1,25	1,14	1,03	0,91	0,80	0,68	0,57	0,46	0,34	0,23	0,11
7	2,26	2,13	2,00	1,86	1,73	1,60	1,46	1,33	1,20	1,06	0,93	0,80	0,67	0,53	0,40	0,27	0,13
8	2,58	2,43	2,28	2,13	1,98	1,82	1,67	1,52	1,37	1,22	1,06	0,91	0,76	0,61	0,46	0,30	0,15
9	2,91	2,74	2,57	2,39	2,22	2,05	1,88	1,71	1,54	1,37	1,20	1,03	0,86	0,68	0,51	0,34	0,17

C. Zucker und Raffinose nach den Formeln:

Formel von 1888:						Verbesserte Formel von 1890:			
$Z = \frac{0,5188 . P - J_{20}}{0,845}$				$R = \frac{P - Z}{1,85}$		$Z = \frac{0,5124 . P - J_{20}}{0,839}$			
$= 0,61396 . P - 1,18343 . J_{20}$				$= 0,5405 . (P - Z)$		$= 0,61073 . P - 1,19190 . J_{20}$			
0,61396		1,18343		0,5405		0,61073		1,19190	
1	0,6140	1	1,1834	1	0,541	1	0,6107	1	1,1919
2	1,2279	2	2,3669	2	1,081	2	1,2215	2	2,3838
3	1,8419	3	3,5503	3	1,622	3	1,8322	3	3,5757
4	2,4558	4	4,7337	4	2,162	4	2,4429	4	4,7676
5	3,0698	5	5,9172	5	2,703	5	3,0537	5	5,9595
6	3,6838	6	7,1006	6	3,243	6	3,6644	6	7,1514
7	4,2977	7	8,2840	7	3,784	7	4,2751	7	8,3433
8	4,9117	8	9,4674	8	4,324	8	4,8858	8	9,5352
9	5,5256	9	10,6509	9	4,865	9	5,4966	9	10,7271
10	6,1396	10	11,8343	10	5,405	10	6,1073	10	11,9190

Für das obige Beispiel findet man in Tabelle VI unter 124 für 20 — *t*

$$\begin{aligned} 1 &= 0,47 \\ 0,5 &= 0,236 \\ \hline 1,5 &= 0,706, \end{aligned}$$

also $J_{20} = -30,5 + 0,71 = -29,79$.

1. Gesucht Zucker nach Clerget:

$$S = 94,3 + 29,79 = 124,09$$

Tabelle B ergibt für:

$$\begin{aligned} 120 &= 90,456 \\ 4 &= 3,0152 \\ 0,09 &= 0,067842 \\ \hline 124,09 &= 93,54 \end{aligned}$$

Zucker nach Clerget = 93,54.

2. Gesucht Zucker und Raffinose nach der Formel von 1888:

$$\begin{aligned} P &= 94,3 \\ 90 &= 55,256 \\ 4 &= 2,4558 \\ 0,3 &= 0,18419 \\ \hline 94,3 &= 57,896 \end{aligned} \qquad \begin{aligned} J_{20} &= -29,79 \\ 20 &= 23,669 \\ 9 &= 10,6509 \\ 0,7 &= 0,82840 \\ 0,09 &= 0,106509 \\ \hline 29,79 &= 35,255, \end{aligned}$$

also $Z = 57,896 - (-35,255) = 93,15$.

Zur Berechnung der Raffinose dient der mittlere Teil von Tabelle C.

$$P - Z = 94,3 - 93,15 = 1,15.$$

Die Tabelle ergibt für

$$\begin{aligned} 1 &= 0{,}541 \\ 0{,}1 &= 0{,}0541 \\ 0{,}05 &= 0{,}02703 \\ \hline 1{,}15 &= 0{,}622, \end{aligned}$$

also Raffinose $R = 0{,}62$.

Nach den Ausführungsbestimmungen des Zuckersteuergesetzes vom 27. Mai 1896 wird die Formel von 1890 vorgeschrieben. Nach dieser würden sich Zucker und Raffinose folgendermaſsen berechnen:

$$P = 94{,}3 \qquad\qquad J_{20} = -29{,}79$$

$$\begin{aligned} 90 &= 54{,}966 \\ 4 &= 2{,}4429 \\ 0{,}3 &= 0{,}18322 \\ \hline 94{,}3 &= 57{,}59212, \end{aligned} \qquad \begin{aligned} 20 &= 23{,}838 \\ 9 &= 10{,}7271 \\ 0{,}7 &= 0{,}83433 \\ 0{,}09 &= 0{,}107271 \\ \hline 29{,}79 &= 35{,}506701, \end{aligned}$$

also $Z = 57{,}59 - (-35{,}50) = 93{,}09$.

Nach der mittleren Formel der Tabelle C:

$$P - Z = 94{,}3 - 93{,}09 = 1{,}21; \qquad R = 0{,}65.$$

Beispiel II.

Direkte Polarisation	$P = 52{,}7$
Inversions-Polarisation bei 22,35° C.	$J_{22,35} = -13{,}1$
	$S = 65{,}8.$

Temperaturdifferenz 2,35° C.

Nach der Hammerschmidt'schen Tabelle ergibt sich unter 65 für $20 - t$:

$$\begin{aligned} 2 &= 0{,}49 \\ 0{,}3 &= 0{,}074 \\ 0{,}05 &= 0{,}0124 \\ \hline 2{,}35 &= 0{,}5764, \end{aligned}$$

also $J_{20} = -13{,}1 - 0{,}58 = -13{,}68$.

In dem Zuckersteuergesetz wird in den Ausführungsbestimmungen folgendes vorgeschrieben:

Von zuckerhaltigen Fabrikaten, welche weniger als 2 % Invertzucker enthalten, wird der Zuckergehalt nach der Clerget'schen Methode festgestellt, wobei die Inversion genau nach den bezüglichen Vorschriften (siehe oben) zu bewirken und aus der Summe der beiden Polarisationen (vor und nach der Inversion) der Zuckergehalt mit Hilfe der Formel

$$Z = \frac{100 \, . \, S}{142{,}66 - \frac{t}{2}}$$

zu berechnen ist. Die Konstante $C = 142,66$ setzt die Anwendung des halben Normalgewichtes voraus und ist jedesmal entsprechend der zur Inversion angewandten Substanzmenge durch eine andere Zahl zu ersetzen. Die letztere ergibt sich aus folgender Tabelle:

Für g Zucker in 100 ccm	ist *C* einzusetzeu mit	Für g Zucker in 100 ccm	ist *C* einzusetzen mit	Für g Zucker in 100 ccm	ist *C* einzusetzen mit	Für g Zucker in 100 ccm	ist *C* einzusetzen mit
1	141,85	6	142,18	11	142,52	16	142,86
2	141,91	7	142,25	12	142,59	17	142,93
3	141,98	8	142,32	13	142,66	18	143,00
4	142,05	9	142,39	14	142,73	19	143,07
5	142,12	10	142,46	15	142,79	20	143,13

Ergibt beispielsweise nach dem Auffüllen des Normalgewichtes zu 200 die direkte Polarisation im 200 mm-Rohr + 30, so berechnet sich für die invertierte Lösung, welche 75 ccm der ursprünglichen Lösung einschliefst, eine direkte Polarisation von + 22,5. Da 100 Polarisation 26,048 g Zucker (in 100 Mohr'schen ccm) entsprechen, so kommen auf 22,5 Polarisation 5,86 g oder rund 6 g Substanz; nach der Tabelle hat sonach die Konstante 142,18 zur Anwendung zu gelangen. Angenommen, es sei bei 20° C. eine Linksdrehung von — 7,1 beobachtet, so entspricht dies für das halbe Normalgewicht einer solchen von

$$\frac{-7,1 . 100}{75} = -9,47$$

und für das ganze Normalgewicht einer solchen von — 18,94. Da die direkte Polarisation für das ganze Normalgewicht + 60 beträgt, so berechnet sich der Zuckergehalt auf

$$100 \cdot \frac{60 + 18,94}{142,18 - 10} = 59,72$$

oder abgerundet 59,7 Prozent. Die Abrundung erfolgt in der Art, dafs geringere Bruchteile als volle Zehntel unberücksichtigt bleiben.

III.

Spezieller Teil.

Zucker.

Probenahme.

Eine jede chemische Analyse eines Stoffes wird in ihren Resultaten stets von der Qualität der Probe beeinflufst, mit welcher die Untersuchung ausgeführt wurde. Sollen nun z. B. zwei Analysen ein und desselben Stoffes miteinander verglichen werden, so ist das erste Haupterfordernis für die Übereinstimmung der Resultate, dafs erstere mit genau gleichartigen Proben vorgenommen werden. Ferner ist die Art und Weise, wie die Proben genommen werden, für das Resultat der Analyse von gröfster Bedeutung. Soll z. B. aus einem gröfseren Haufen Zucker eine Probe entnommen werden, so müssen unbedingt zuerst eine gröfsere Anzahl Stichproben gezogen werden. Diese werden gleichmäfsig gemischt und aus der Mischung wird die zur Untersuchung bestimmte Menge genommen und in eine gut schliefsende Glasflasche gefüllt.

In den Ausführungsbestimmungen des Zuckersteuergesetzes ist über die Probenahme in § 120 folgendes vorgeschrieben: „Bei der Entnahme der Proben zur Ermittelung des Zuckergehaltes mufs stets mit grofser Sorgfalt verfahren werden. Es sind dazu bei Rohzucker, sowie bei allen Zuckern, in Krümel- und Mehlform, in der Regel Sonden (vorn abgerundete, etwa 50 cm lange Löffel mit etwa $1^1/_2$ bis 2 cm innerem oberen Durchmesser, von starkem Kupferblech mit hölzernem Griff) zu verwenden. Mittelst derselben ist der Zucker möglichst aus der Mitte der Kolli zu ziehen. Die in einer Post hervortretenden Unterschiede müssen durch die entnommenen Proben, unter genauer Bezeichnung der Kolli, auf welche sich die Proben beziehen, ausgedrückt werden. Nachdem die in den Proben etwa enthaltenen Knötchen, Klümpchen und Stückchen zerdrückt sind, wird aus sämtlichen Teilproben durch Zusammenschütteln eine, beziehungsweise für jede Sorte eine Durchschnittsprobe für die Ermittelung des Zuckergehaltes gebildet. — Von Rohzuckern geringeren Gehaltes, aus verschiedenen Zuckersorten gemischt, welche Knötchen, Klümpchen oder

Stückchen in erheblicher Menge enthalten und nicht gleichfarbig erscheinen, ist die Durchschnittsprobe in der Weise zu nehmen, dafs die zur Probeentnahme bestimmten Säcke durch Ausschütten (Stürzen) vollständig entleert, der gesamte, zu einem Haufen vereinigte Zucker tüchtig durcheinandergeschaufelt, eine Zerdrückung der vorhandenen Zusammenballungen von Zucker und demnächstige Wiederbeimischung vorgenommen und hiermit so lange fortgefahren wird, bis der Zucker gut durcheinandergemischt ist und die darin enthaltenen Knötchen usw. beseitigt sind, worauf aus dem oberen, mittleren und unteren Teil der auf diese Weise hergestellten Zuckermenge je eine bestimmte Menge Zucker zu entnehmen und aus der innigen Vermischung dieser drei Proben die zur Feststellung des Zuckergehaltes erforderliche Durchschnittsprobe zu bilden ist."

Ausführung der Polarisation.

Die den zu untersuchenden Zucker enthaltende Flasche oder Blechschachtel wird im Laboratorium einige Stunden stehen gelassen, damit der Inhalt die Zimmertemperatur annimmt. Darauf wird der Zucker in eine geräumige Porzellanschale geschüttet, mit den Fingern gut durchgemischt und sogleich, um einen Wasserverlust zu vermeiden, wieder in das Gefäfs zurückgebracht. Wird eine Probe längere Zeit aufbewahrt, so geht der dem Zucker anhaftende Sirup meistens in die tieferen Schichten. Es ist absolut fehlerhaft, dann die obere trocknere Schicht vor dem Mischen der Probe zu entfernen.



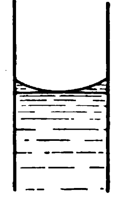
Fig. 48. Neusilberschale zum Abwägen der Zuckerproben.

In einer Messing- oder Neusilberschale, wie sie in Fig. 48 abgebildet ist, wägt man auf einer guten empfindlichen Tarierwage das Normalgewicht ab. Benutzt man Mohr'sche Kubikzentimeter $\left(t = \frac{17,5}{17,5}\right)$, so wägt man das alte Normalgewicht 26,048 g ab; arbeitet man nach den Beschlüssen der internationalen Kommission, sowie nach den Ausführungsbestimmungen vom Zuckersteuergesetz 1903, so sind 26,0 g abzuwägen und wahre Kubikzentimeter $\left(t = \frac{20}{4}\right)$ zu nehmen. Den Schalen ist gewöhnlich ein Taragewicht beigegeben, wodurch das lästige Tarieren mit mehreren Gewichten vermieden wird. Das Normalgewicht selbst ist auch als ein einziges Gewichtsstück zu verwenden.

Nun rührt man den Zucker mit etwas kaltem oder lauwarmem Wasser zu einem Brei an und bringt ihn verlustlos in ein 100 ccm-Kölbchen. Zum Umrühren in der Schale benutzt man mit Vorteil einen an einem Ende etwas gekrümmten Glasstab. Etwa in der Schale und am Glasstabe haftende Zuckerlösung spült man mit destilliertem Wasser in das Kölbchen hinein.

Nachdem alles gelöst ist, setzt man, wenn erforderlich, das Klärmittel hinzu und füllt zu 100 auf. Die Einstellung auf die Marke erfolgt so, dafs die Kreislinie der Marke, welche in Augenhöhe eine gerade Linie bilden mufs, eben von der unteren Kuppe der Flüssigkeit im Kolbenhalse berührt wird (Fig. 49). Nun wischt man die an den Wänden des Halses haftenden Wassertropfen mit einer Rolle aus Filtrierpapier ab und schüttelt anhaltend und kräftig durch.

Gute Rohzucker erfordern zur Klärung nur einige Kubikzentimeter eines dünnen Breies von Tonerdehydrat. Genügt dies nicht, so setzt man 10 bis 20 Tropfen oder event. mehr alkalischen Bleiessig hinzu. Der Bleiessig ist eine wässerige Auflösung von basisch essigsaurem Blei, welches die meisten der die Zucker verunreinigenden organischen Stoffe als Bleisalze ausfällt. Es ist gut, bei dem Bleiessigzusatz einen Überschufs zu vermeiden, deshalb hört man mit dem Hinzutröpfeln auf, sobald keine Fällung durch einen neuen Tropfen mehr erfolgt. Ist überschüssiges Blei vorhanden, so trübt sich die Polarisationslösung leicht dadurch, dafs sich unter Einwirkung der atmosphärischen Kohlensäure kohlensaures Blei ausscheidet. Andererseits ist es wieder direkt nachteilig, so wenig Bleiessig zuzufügen, dafs überhaupt kein Niederschlag entsteht. Derartige Lösungen zeigen oft infolge des Einflusses des Bleiessigs auf die Drehung der anwesenden Nichtzuckerstoffe unrichtige Polarisationen.


Fig. 49. Meniskuseinstellung.

Wird auch hierdurch nicht die gewünschte Klärung erreicht, so kann man etwas Tannin- oder kaltgesättigte Alaunlösung zusetzen. Es entstehen dann mit dem Bleiessig stärkere Niederschläge, welche klärend wirken.

Den Tonerdebrei bereitet man sich nach Scheibler's Vorschrift, indem man eine nicht zu konzentrierte Lösung von schwefelsaurer Tonerde oder Alaun mit überschüssigem Ammoniak versetzt und den Niederschlag so lange durch Dekantieren auswäscht, bis alle Salze und auch das Ammoniak verschwunden sind und Lackmuspapier nicht mehr gebläut wird (siehe Anhang).

Baumann[1]) benutzt zur Darstellung des Tonerdebreies Aluminiumplatten, welche als Elektroden in Wasser durch den elektrischen Strom einer Beleuchtungsanlage zersetzt werden (siehe Anhang).

Den Bleiessig, von welchem man sich gröfsere Mengen herstellt, bewahrt man in einer Flasche auf, wie dies durch Fig. 50 veranschaulicht wird. In der Flasche *A* befindet sich der Bleiessig, welcher durch den Schlauch *C* in die Bürette *B* gefüllt wird. Nachdem der Quetschhahn *D*

[1]) Korrespondenzblatt 1893, No. 10.

geschlossen ist, kann man aus der Bürette jedes beliebige Quantum herauslassen. Um eine Ausfällung von kohlensaurem Blei zu vermeiden, läfst man die in *A* einströmende Luft zuerst eine Lösung von Kalilauge passieren.

Ist Bleiessig zur Klärung verwandt worden, so mufs das Kölbchen nach kräftigem Umschwenken 5 bis 10 Minuten ruhig stehen gelassen werden, damit die Bleiverbindungen ausfallen. Durch diese neu entstehenden Körper wird das Volumen der Flüssigkeit etwas verringert, doch sind die hierdurch hervorgerufenen Differenzen so geringe, dafs sie in der Praxis ruhig vernachlässigt werden können.

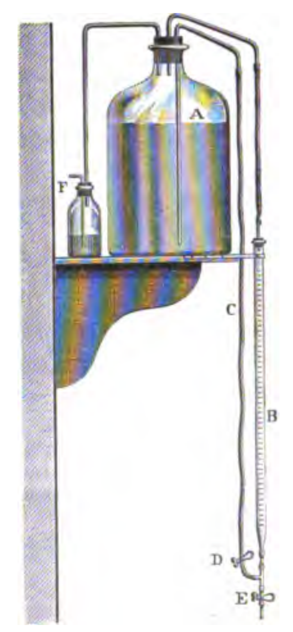


Fig. 50. Aufbewahrungsflasche und Bürette für Bleiessig.

Ist eine Zuckerlösung durch keines der Mittel genügend aufhellbar, so setzt man nach dem Auffüllen 1 bis 5 g Reinigungskohle, genau abgewogen, in den Kolben, schüttelt kräftig um und läfst eine bestimmte Zeit, z. B. $^3/_4$ Stunde, unter bisweiligem Umschütteln stehen. Es mufs aber in diesen Fällen der Absorptionsfaktor für die abgewogene Menge Kohle an Zucker bestimmt werden und dafür am Resultat der Polarisation eine entsprechende Korrektion angebracht werden. Dies Verfahren ist jedoch nur mit Vorsicht anzuwenden, denn es liefert nicht ganz zuverlässige Resultate; die Zuckerabsorption kann je nach der Alkalität der Probe eine verschiedene sein.

Ist der zur Marke aufgefüllte Inhalt des Kölbchens anhaltend und kräftig durchgeschüttelt, so giefst man ersteren auf einmal schnell auf ein glattes Filter, welches, um eine Verdunstung zu vermeiden, mit einer Glasplatte oder mit einem Uhrglas bedeckt wird. Zum Aufsammeln des Filtrates benutzt man Zylinder von ca. 5 cm innerer Weite und ca. 20 cm Höhe. Setzt man nun den Trichter auf den Zylinder, so bewirkt ersterer einen guten Verschlufs des letzteren. Durch diese Vorsichtsmafsregeln wird eine Verdunstung und damit eine Konzentrationsveränderung der Polarisationsflüssigkeit vermieden.

In der Regel erachtet man die bei den Filtrationen in unbedeckten Gefäfsen entstehenden Verluste durch Verdunstung für ziemlich geringfügig. Wie grofs dieselben aber sein können, auch wenn man mit gut bedeckten Gefäfsen arbeitet, zeigen folgende Versuche Schönrock's.[1])

[1]) Landolt, Optisches Drehungsvermögen, 2. Aufl., 405.

Wässerige Flüssigkeiten: a) 43,131 g Wasser filtrierten in 4 Minuten und verloren 0,019 g durch Verdunstung. Lufttemperatur 18°. — 99,614 g Wasser filtrierten in 11 Minuten mit einem Verlust von 0,041 g. Temperatur 20°. Hiernach würde bei der Filtration von ca. 40 bis 100 g einer z. B. 10prozentigen Lösung der Prozentgehalt um die Gröſse 0,004 zunehmen. — b) Bei der 3 Minuten dauernden Filtration von 50 ccm einer wässerigen Lösung von Silbernitrat erhöhte sich der Gehalt von 9,708 auf 9,713 %. Temperatur 24°. Die Zunahme beträgt also 0,005, was mit den ersteren Versuchen übereinstimmt.

Alkoholische Flüssigkeiten: a) 31,007 g Alkohol von 94 % filtrierten in 4 Minuten und verloren 0,067 g durch Verdunstung. Temperatur 18°. — 71,494 g desselben Alkohols filtrierten in 10 Minuten und verloren 0,114 g. Temperatur 19°. — Hätten die obigen Mengen Flüssigkeit noch 10 % aktive Substanz gelöst enthalten, so würde dieser Wert durch die Filtration nach dem ersten Versuche auf 10,019, nach dem zweiten auf 10,014 gestiegen sein. — b) 50 ccm einer Lösung von Silbernitrat in Alkohol von 78 % filtrierten in 10 Minuten (Temperatur 23°) und es erhöhte sich der Prozentgehalt von 9,686 auf 9,714; bei einem anderem Versuche auf 9,736, also um 0,03 bis 0,05.

Die zuerst durchlaufenden Tropfen sind gewöhnlich trübe und werden weggegossen. Die Konzentration derselben kann durch einen eventuellen Feuchtigkeitsgehalt des Filtrierpapiers beeinfluſst sein. Ist auch das nachfolgende Filtrat nicht absolut klar und blank, so muſs es so lange wieder auf das Filtrum zurückgegossen werden, bis die Flüssigkeit ganz klar ist. *Sichere Polarisationen lassen sich nur mit vollkommen klaren Lösungen erzielen.*

Nun wird die Flüssigkeit in die in der Regel 200 mm lang zu wählende Polarisationsröhre (siehe S. 66 ff.) gefüllt. Vorher aber überzeuge man sich, daſs das Rohr absolut rein und trocken ist. Der innere Durchmesser des Rohres muſs gröſser als der des Diaphragmas des Apparates sein. Ist dies nicht der Fall, so werden die Beobachtungen durch das von der inneren Wandung des Rohres reflektierte Licht unangenehm gestört (siehe S. 66). Ein Anfassen des Rohres mit der Hand ist möglichst zu vermeiden, da hierdurch eine Ermärmung hervorgerufen werden kann. Deshalb faſst man das Rohr mit zwei Fingern an dem oberen Schraubengang an, gieſst es so voll, daſs aus der oberen Öffnung eine kleine Flüssigkeitskuppe herausragt, und schiebt das Deckgläschen von der Seite her in wagerechter Richtung über das Rohr. Auf diese Weise vermeidet man eventuelle Luftblasen in der Flüssigkeitssäule. Nun verschlieſst man das Rohr mit dem Schraubenkopf resp. mit dem federnden Verschluſs und überzeugt sich durch Durchsicht, daſs die Flüssigkeit eine homogene ist.

Ist letzteres nicht der Fall, so ist infolge von Schlierenbildung eine Durchsicht nicht gut möglich und die Lösung ist zur Polarisation unbrauchbar.

Bei der Anwendung von Schraubenköpfen mufs darauf geachtet werden, dafs die Schraube nicht zu fest angezogen wird, weil hierdurch die Deckgläschen aktiv werden können. In diesem Falle genügt es, die Schraube etwas zu lockern und nach einiger Zeit, mindestens 10 Minuten, die Polarisation vorzunehmen, welche von 10 zu 10 Minuten so lange zu wiederholen ist, bis die Resultate konstant sind.

In bezug auf den Polarisationsapparat sowie dessen Beleuchtung etc. sei auf S. 34 ff. verwiesen. Nur sei hier noch einmal bemerkt, dafs alle dort hervorgehobenen Verhaltungsmafsregeln nicht genug zur Befolgung empfohlen werden können.

Es sei aber hier noch einmal hervorgehoben, dafs sich nach Herzfeld's Untersuchungen nur dann genaue und richtige Resultate ergeben werden, wenn die Temperatur der Saccharimeter sowie der Lösungen und ferner die Temperatur der Arbeitsräume mindestens schon drei Stunden vor Beginn der Untersuchungen eine übereinstimmende ist und nur sehr wenig von der Justierungstemperatur abweicht. Ist dies nicht der Fall, so mufs der Nullpunkt des Apparates mit einer Normalzuckerlösung für die betreffende Temperatur korrigiert werden und letztere Temperatur bei allen weiteren Analysen eingehalten werden. Geschieht dies nicht, so sind bedeutende, stets wechselnde Fehler unvermeidlich.

Bei der Beobachtung legt man das Rohr stets in den dem Beobachter zugekehrten Teil des Polarisationsapparates. Durch eine Änderung der Lage des Rohres in der Längsrichtung können verschiedene Beleuchtungen und demzufolge differierende Resultate erhalten werden.

Das Zimmer, in welchem polarisiert wird, mufs verdunkelt werden; je weniger Lichtstrahlen das Auge des Beobachters stören, desto genauer lassen sich die Beobachtungen ausführen.

Nun wird das Fernrohr des Apparates so eingestellt, dafs das Gesichtsfeld kreisrund und scharf begrenzt erscheint und der das letztere teilende Strich scharf sichtbar ist. Ist dies nicht der Fall, so ist der Strahlengang im Apparat nicht korrekt und mufs dementsprechend verbessert werden (siehe S. 69).

Hierauf kontrolliert man den Nullpunkt durch mehrere Einstellungen; gröfsere Differenzen als $^{3}/_{10}$ vom Durchschnitt werden als unrichtig verworfen. Dem Auge sind nach jeder Beobachtung 20—40 Sekunden Ruhe zu geben.

Das gefüllte Rohr wird in den Apparat gelegt, das Gesichtsfeld wie oben scharf eingestellt, darauf bis 12 Beobachtungen ausgeführt und der Durchschnitt der Resultate als das richtige Ergebnis der Bestimmung genommen.

Um eine eventuelle mangelhafte Planparallelität der Deckgläschen auszugleichen, dreht man das Rohr mehrere Male um 60°, wobei jedesmal eine Ablesung geschehen mufs.

An dem Resultat selbst sind noch eventuell sich ergebende, von der Nullpunktkorrektur herrührende Abweichungen zu berichtigen. Fehler, welche durch unrichtige Länge der Rohrlänge bedingt sind, korrigiere man nach den auf S. 69 gegebenen Anweisungen.

Kann man infolge der dunklen Farbe der Flüssigkeit kein 200 mm-Rohr benutzen, so nimmt man ein 100 oder auch 50 mm langes Rohr, wobei dann die Resultate mit 2 resp. 4 zu multiplizieren sind.

Sind neben dem Rohrzucker noch Raffinose oder gröfsere Mengen Invertzucker enthalten, welche das Resultat der Polarisation beeinflussen können, so arbeitet man nach den auf S. 127 ff. gegebenen Vorschriften der optischen Inversionsmethode.

Bestimmung des Wassergehaltes.

Der Wassergehalt des Zuckers wird durch Austrocknen desselben bei einer Temperatur von 105 bis 110 ° C. bestimmt. Die Bestimmung bietet insofern einige Schwierigkeiten, als mit den gewöhnlichen Trockenschränken eine überall gleichmäfsige Temperatur im Innern derselben nicht erzielt werden kann. Infolge der Wärmeleitung der Metalle besitzen die Metallteile sehr häufig eine weit höhere Temperatur, als wie dies durch das Thermometer angezeigt wird.

Diesen Übelstand vermeidet der vom Berliner Vereinslaboratorium konstruierte, in Fig. 51 abgebildete Trockenschrank. Dieser ist mit sehr zweckentsprechenden Löchern und Schloten, sowie mit doppelten Wänden versehen, so dafs ein sehr gleichmäfsiges Anwärmen und eine sehr gute Luftzirkulation erreicht wird. Um direkte Wärmeübertragungen zu vermeiden, sind in dem Schrank die Einlagen aus Asbest angefertigt. Da man in Zuckerfabrikslaboratorien selten Leuchtgas zur Verfügung hat, so empfiehlt es sich, zum Anwärmen des Trockenschrankes einen einfachen Petroleumkocher mit Docht zu verwenden. Ist die Lampe erst einmal richtig eingestellt, so ist es eine Kleinigkeit, stets wieder die gewünschte konstante Temperatur zu erzielen.

Sehr zu empfehlen sind Trockenschränke mit doppelten Wandungen, in welchen die Erwärmung durch zwischen den Doppelwänden kochende Flüssigkeiten erzeugt wird. In Fig. 52 (S. 141) ist ein derartiger Apparat, das

„Modell des Vereins für die Rübenzuckerindustrie des Deutschen Reiches", dargestellt. Derselbe ist gleichzeitig für Evakuierung eingerichtet. Als Heizflüssigkeit wird das bei 110° siedende käufliche Tolnol verwendet. Hierdurch erreicht man im Innern des Apparates eine ganz konstante Temperatur von 107 bis 108° C. Die Tolnoldämpfe werden durch einen Rückflufskühler wieder kondensiert. Wegen der leichten Entzündlichkeit erfordert das Tolnol einige Vorsicht.

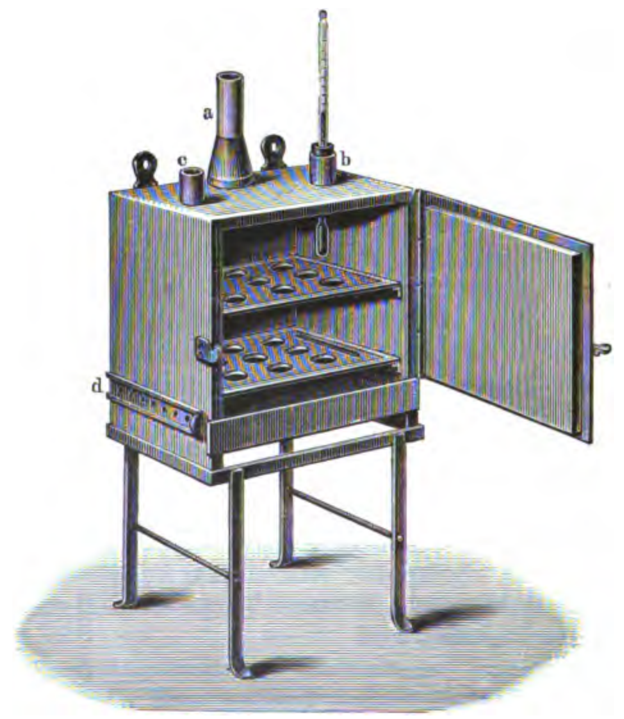


Fig. 51. Lufttrockenschrank.

Eine absolut ungefährliche Heizflüssigkeit bilden Lösungen von Glyzerin in Wasser. Nach Soxhlet benutzt man folgende Mischungen:

Glyzerin in %	Spez. Gew.	Siedepunkt
70	1,1850	113,6° C.
65	1,1710	111,3° C.
60	1,1570	109,0° C.
55	1,1430	107,5° C.

Bei Anwendung dieser Glyzerinmischungen ist es aber stets erforderlich, einen Rückflufskühler zu verwenden, um Konzentrationsveränderungen vorzubeugen.

Hat man über gespannten Dampf und über eine gute Luftpumpe zu verfügen, so ist es sehr empfehlenswert, sich einen Vakuum-Dampftrockenschrank bauen zu lassen. Man erzielt mit diesen Schränken eine außerordentliche Gleichmäßigkeit in der Wärmeverteilung und man hat den großen Vorteil, durch einfaches Regulieren der Ein- und Auslaßventile jede beliebige Temperatur erzielen zu können.

Ist im Laboratorium Leuchtgas vorhanden, so bedient man sich zur Erreichung einer konstanten Temperatur der sogenannten Thermoregulatoren, welche in den Gasstrom eingeschaltet werden. Der Thermoregulator wird in den Trockenschrank durch einen Tubus so tief eingesenkt, daß sein unteres Ende in halber Höhe des Innenraumes steht. In dem unteren Teil des Regulators befindet sich Quecksilber, welches infolge seiner Ausdehnung die Ausflußöffnung für das Gas verkleinert oder vergrößert, je nachdem die Temperatur steigt oder fällt.

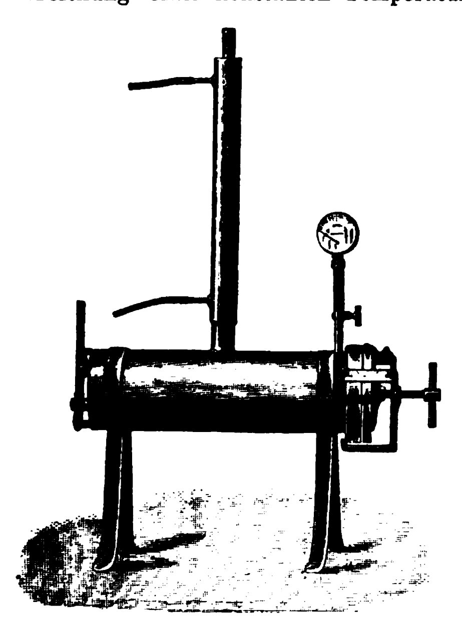


Fig. 52. Vakuum-Trockenschrank.

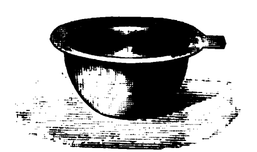


Fig. 53. Trockenschälchen mit Deckel.

Es gibt eine große Anzahl derartiger Konstruktionen und würde eine Beschreibung derselben hier zu weit führen.

Zur Aufnahme des Trockengutes dienen flache Nickelschalen, welche ungefähr 7 cm im Durchmesser und 2 cm Höhe haben. Ist der Wassergehalt sehr hygroskopischer Produkte zu bestimmen, so wendet man etwas tiefere, mit einem Deckel versehene Schalen an (Fig. 53).

Sollen sehr feuchte Zucker, Säfte, Sirupe oder Füllmassen getrocknet werden, so ist hierzu noch ein grober Sand erforderlich, mit welchem die Probe nach dem Abwägen vermischt wird. Man benutzt dazu am besten feinen, staubfreien Kies, welcher durch Digestion mit roher Salzsäure und darauffolgendem Waschen mit Wasser von Eisenoxyden und anderen Verunreinigungen befreit ist und durch Glühen getrocknet wird.

Von Rohzuckern und Raffinaden werden zur Bestimmung ca. 10 bis 15 g abgewogen, von Sirupen und Füllmassen 3 bis 5 g.

Die leeren oder auch die mit Sand gefüllten Schalen werden vor dem Gebrauch 1 bis 2 Stunden im Trockenschranke erhitzt, so daſs sie vollkommen trocken sind, worauf man sie zum Abkühlen in einen mit Schwefelsäure oder Chlorkalzium beschickten Exsikkator (Fig. 54) bringt.

Nun wägt man die Schalen genau bis zur vierten Dezimale aus und notiert das Gewicht. Darauf bringt man die zu trocknende Substanz hinein, bedeckt event. mit dem Deckel und wägt wiederum. Die Differenz der beiden Gewichte ist die Menge der Substanz.

Raffinaden und *Rohzucker* werden durch gelindes Schütteln auf dem Boden der Schale ausgebreitet und bei 105 bis 110° bis zu konstantem Gewicht getrocknet. Hierzu sind gewöhnlich zwei Stunden erforderlich, nach deren Verlauf man die Schalen wieder in den Exsikkator bringt und nach dem Erkalten wägt. Darauf setzt man die Schalen in den Trockenschrank zurück, beläſst sie darin $^1/_2$ Stunde und wägt die abgekühlten Schalen noch einmal. Ist keine gröſsere Differenz als 5 mg entstanden, so ist die Austrocknung als beendet anzusehen. Man notiert das Gewicht der trockenen Schale wiederum und berechnet den Gewichtsverlust oder, was dasselbe ist, den Wasserverlust.



Fig. 54. Exsikkator.

Sehr feuchte Zucker, Füllmassen und *Sirupe* erfordern zur vollständigen Austrocknung eine sehr groſse Oberfläche. Diese wird dadurch erreicht, daſs man dieselben mit dem gereinigten Sande mischt. Die Mischung muſs mit besonderer Sorgfalt ausgeführt werden, damit eine ganz gleichmäſsige, lockere Masse entsteht. Bei zähen Füllmassen empfiehlt es sich, die Schale etwas vor dem Mischen zu erwärmen. Je nach der Beschaffenheit des Trockengutes wendet man 10 bis 30 g Sand an. Sehr zu empfehlen ist, daſs man alle Schälchen mit Sand und einem kurzen, dünnen Glasstabe zu gleichem Gewicht, ca. 50 oder 60 g, tariert. Durch diese Gleichmäſsigkeit des Taragewichtes wird man in den Stand gesetzt, viel schneller zu arbeiten. Nach dem Tarieren und Abwägen der Schale und der Substanz mischt man letztere sorgfältig mit Hilfe des Glasstäbchens mit dem Sande und stellt sie zum Austrocknen in den Trockenschrank. Trocknet man im Luftbade, so muſs die Temperatur im Anfange unter 100° liegen und nur ganz allmählich auf 110° steigen. Versäumt man diese Vorsichtsmaſsregel, so erhält man auf der Oberfläche eine harte, getrocknete Schicht, welche alles weitere Trocknen der tiefer liegenden Schichten ungemein erschwert,

ja in vielen Fällen unmöglich macht. Für derartige Produkte ist ein Vakuumschrank fast unentbehrlich.

Das letztere ist auch der Fall, wenn invertzuckerhaltige Produkte zu trocknen sind. Der Invertzucker zersetzt sich in der Wärme bei Gegenwart von Sauerstoff, wobei Kohlensäure und Wasser entweichen, und aufserdem entstehen organische Säuren, welche eine weitere Inversion des Rohrzuckers bewirken können. Bei einem Invertzuckergehalt von nur 0,5 Prozent können schon Fehler von mehreren Zentelprozenten entstehen.

Beispiel.

Das Schälchen + Sand + Glasstab + Füllmasse wog vor dem Trocknen	56,0864 g.
Das Schälchen + Sand + Glasstab wog vor dem Trocknen	50,3312 „
Gewicht der Füllmasse	5,7552 g.
Nach dem Trocknen wogen Schälchen + Sand + Glasstab + Füllmasse	55,4008 g.

Es hatte also verloren:

$$\begin{array}{r} 56{,}0864 \text{ g} \\ -\,55{,}4008 \text{ „} \\ \hline 0{,}6856 \text{ g.} \end{array}$$

Der Wassergehalt berechnet sich also nun nach folgender Gleichung:

$$5{,}7552 : 0{,}6856 = 100 : x; \qquad x = 11{,}91\,\% \text{ Wasser.}$$

Bestimmung des Aschengehaltes.

Der hohe Gehalt der Zuckerrüben an organischen Kalisalzen bedingt auch die Zusammensetzung der Asche der Rohzucker derart, dafs dieselbe vorzugsweise aus kohlensaurem Kali besteht. Die vollständige Verbrennung der sehr voluminösen Zuckerkohle wird durch die leichte Schmelzbarkeit des entstehenden Kaliumkarbonates sehr erschwert, da das schmelzende Salz die Kohle einschliefst und so den Zutritt der Luft verhindert. Hierdurch wird man gezwungen, die Hitze zu steigern, und hat den Nachteil, dafs durch die Flüchtigkeit des Kalis Verluste eintreten können. Man ersieht hieraus, dafs die Bestimmung der Asche durch einfaches Verbrennen eine ziemlich umständliche Sache ist, und dafs sie für Betriebs- und Handelsuntersuchungen nicht gut anwendbar ist.

Um die eben geschilderten Übelstände zu vermeiden, führt man diese Bestimmung nach der von Reiche angegebenen und von Scheibler weiter vervollkommneten Schwefelsäuremethode aus. Hierbei werden die Alkalisalze in Form von schwefelsauren Verbindungen erhalten, welch letztere nach Schrefeld's[1]) Untersuchungen bis auf ca. 700° C. erhitzt werden können, ohne an Gewicht zu verlieren. Ein weiterer Vorteil des Schwefelsäurezusatzes ist der, dafs infolge der oxydierenden Wirkung derselben die Verbrennung der sehr schwer verbrennlichen Zuckerkohle bedeutend gefördert wird.

Als Verbrennungsschälchen benutzt man kleine, mit einem Griff versehene Platinschälchen (Fig. 55), welche einen flachen Boden von ca. 36 mm Durchmesser haben. Die obere Weite derselben beträgt ca. 43 mm und die Wandhöhe ca. 16 mm.

In die vorher ausgeglühten und gewogenen Veraschungsschälchen wägt man die zu veraschende Substanz, von Rohzuckern zweckmäfsig 3 g, benetzt die Probe gleichmäfsig mit 20 bis 25 Tropfen konzentrierter Schwefelsäure, welch letztere natürlich aschenfrei sein mufs, und erhitzt vorsichtig über einem Brenner bis zur vollständigen Verkohlung. Die Zucker blähen sich beim Erhitzen und Verkohlen stark auf und gehen leicht über den Rand der Schale. Man mufs deshalb mit dem Anwärmen äufserst vorsichtig sein. Es ist gut, zuerst nur so lange zu erwärmen, bis die Reaktion eingeleitet ist; darauf entfernt man die Flamme, worauf sich die Reaktion von selbst durch die ganze Masse hindurch fortsetzt, und nur hin und wieder durch gelindes Anwärmen unterstützt zu werden braucht. Es erfordert diese Manipulation einige Geschicklichkeit, welche man sich jedoch bald erwirbt. Zuletzt erhitzt man über voller Flamme, um etwaigen noch unzersetzten Zucker zu verkohlen. Sollte die Masse jetzt noch überzusteigen drohen, so läfst man die Flamme von oben her darauf einwirken.


Fig. 55. Veraschungsschälchen.

Man kann dies Verkohlen auch auf eine andere Weise erreichen, indem man nach dem Befeuchten mit Schwefelsäure einige Kubikzentimeter Äther in die Schale giefst und denselben entzündet. Durch die hierdurch entwickelte Wärme verkohlt der Zucker ziemlich vollständig, ohne überzusteigen.

Nachdem nun eine völlige Verkohlung erreicht ist, setzt man noch einige Tropfen Schwefelsäure hinzu und stellt das Schälchen in den Veraschungsofen.

[1]) Vereinszeitschrift 97, 560.

Als Veraschungsöfen benutzt man verschiedene Konstruktionen. Ganz allgemein ist die mit Tonkacheln überdeckte Platinmuffel (Fig. 56), welche man entweder durch einen Vierbrenner oder durch eine Spiritusgaslampe (Fig. 57) zu mäfsiger, nicht heller Rotglut erhitzt. Man stellt die Platinmuffel zweckmäfsig etwas schräg, damit ein schwacher Luftstrom durch dieselbe zieht. Es erfolgt nun eine vollständige Veraschung, welche bei verhältnismäfsig reinen Produkten ungefähr nach einer halben Stunde vollendet ist. Bei unreinen Produkten dauert es oft mehrere Stunden. Eine solche Platinmuffel bietet für 2 bis höchstens 3 Schälchen Raum. Sollen nun täglich viele Aschenbestimmungen ausgeführt werden, so sind

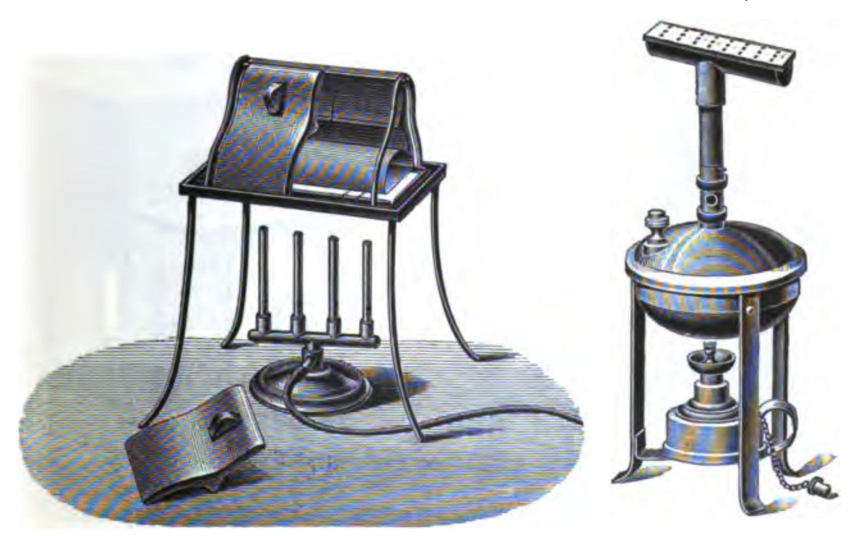


Fig. 56. Platinmuffel zur Zuckerveraschung. Fig. 57. Spiritusgasbrenner.

mehrere Muffeln erforderlich. Auch ist der Gasverbrauch durch die sehr schlechte Ausnützung der Wärme ein sehr hoher, der Raum, in welchem die Veraschungen ausgeführt werden, wird unerträglich warm und aufserdem werden die recht teuren Muffeln sehr schnell zerstört.

Aus diesen Gründen hat man andere Konstruktionen erdacht; so z. B. wird in Frankreich viel der in Fig. 58 abgebildete Schamotteofen von Wiesnegg angewendet. Im Österreichischen Zentralvereinslaboratorium wird auch ein Wiesnegg'scher Ofen gebraucht. Im Berliner Vereinslaboratorium wird ein Courtonne'scher Ofen benutzt.

Von dem bekannten Ofenbauer Th. Issem (Berlin) ist vor einigen Jahren ein neuer Ofen mit Gasolingasfeuerung für Zuckerveraschungen (Fig. 59) konstruiert worden, welchen unter anderen auch Verfasser seit 6 Jahren zu grofser Zufriedenheit benutzt.

Herzfeld[1]) konstruierte im Jahre 1899 einen elektrisch heizbaren Veraschungsofen, wie er in Fig. 60 abgebildet ist. Die Heizung desselben erfolgt durch einen 3 m langen schwachen Platindraht, welcher in mehrfachen Windungen die innere Muffel umschlingt und an den beiden aus dem Ofen herausragenden Enden in starken Platindraht übergeht. An letzteren schliefst sich an den der Wärme nicht ausgesetzten Enden Kupferdraht an.

Um eine möglichst vollkommene Ausnutzung der erzeugten Wärme zu ermöglichen und eine rasche Abnutzung des dünnen Platindrahtes zu vermeiden, ist derselbe samt den Übergangsstellen in



Fig. 58. Veraschungsmuffelofen nach Wiesnegg.



Fig. 59. Gasolingasofen von Issem.

den starken Platindraht in Magnesiamasse, die zu diesem Behuf mit einem geeigneten Bindemittel versehen ist, eingebettet. Es ist also hier eine Nachahmung der Nernst'schen Erfindung, die Eigenschaft der Magnesia, bei hohen Temperaturen leitend zu werden, für Heizzwecke (statt bei Nernst zu Beleuchtungszwecken) benutzt worden. Mit einem Strom von 65 Volt und 6,5 Ampere wird die gewünschte Veraschungstemperatur von 650 bis 700° leicht erzielt.

Zur Vermeidung von Überhitzung ist es gut, die Schälchen nicht direkt auf die Sohle des Ofens zu stellen, sondern eine Unterlage dafür,

[1]) Vereinszeitschrift 1899. 450.

am besten eine Schamotteplatte zwischen Boden und Schale anzubringen.

Nach dem völligen Verbrennen der organischen Substanz bleibt eine lockere, weifse, bisweilen auch durch Eisenoxyd rot gefärbte Asche zurück, welche man, um sich zu überzeugen, dafs sich am Boden der Schale keine noch unverbrannten Kohlenteile befinden, mit einem Platindraht zerstöfst. Ist dies nicht mehr der Fall, so läfst man erkalten und wägt.

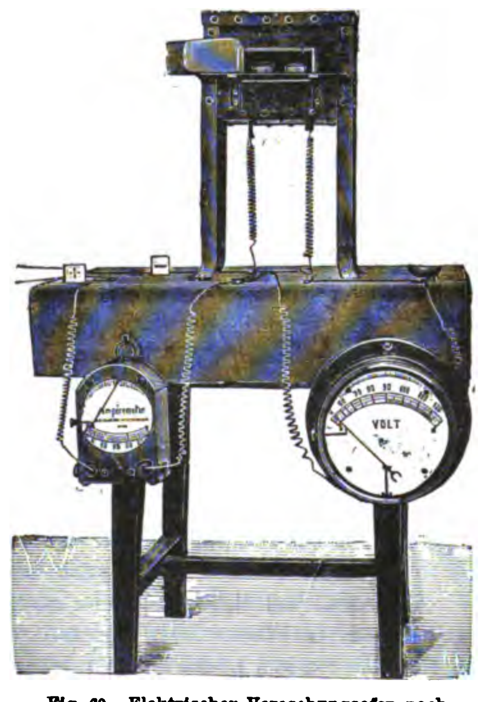


Fig. 60. Elektrischer Veraschungsofen nach Herzfeld.

Von dem durch die Differenz vom Schalengewicht allein und Schale + Aschengewicht erhaltenen Aschengewicht zieht man $^1/_{10}$ ab, um die Asche, welche durch die Überführung in die schwefelsauren Salze ein zu hohes Gewicht ergeben würde, als kohlensaure Salze zu erhalten, und berechnet das so gefundene korrigierte Gewicht auf Prozente der Substanz um.

Bei der Anwendung von genau 3 g erhält man die Aschenprozente, wenn man, ohne vorher $^1/_{10}$ abzuziehen, das erhaltene Aschengewicht mit 30 multipliziert.

Beispiel.

Zucker = 3 g.

Schälchen + Asche	= 21,9785
Schälchen	= 18,0276
Asche	= 0,0509
$^1/_{10}$ abzuziehen als Korrektur . .	= 0,00509
	= 0,04581

$3 : 0{,}04581 = 100 : x.$

Asche $= x = 1{,}52\,\%$

oder $0{,}0509 \times 30 = 1{,}52\,\%$ Asche.

Gewisse Vorsichtsmaſsregeln dürfen aber nicht auſser acht gelassen werden, wenn übereinstimmende Resultate erhalten werden sollen. Ist der Zucker vollständig verkohlt, so darf die Schale nicht länger über freier Flamme erhitzt werden. Die Sulfate werden sehr leicht durch die Kohle zu Sulfiden reduziert, auch können durch den Luftzug leicht Aschenteilchen mit fortgerissen werden. Ein zu starkes Erhitzen der Muffel ist beim Beginn der Veraschung ebenfalls zu vermeiden; die überschüssige Schwefelsäure verflüchtigt sich in diesem Falle, ehe noch die Kohle verbrannt ist, worauf diese ihrerseits wieder reduzierend auf die neutralen Sulfate einwirkt. Aus diesem Grunde darf die Muffel anfangs nur auf dunkle Rotglut erhitzt werden und erst gegen Ende des Prozesses kann man die Hitze eine kurze Zeit lang steigern, wodurch dann die sauren Sulfate zersetzt und die letzten Kohlenteilchen verbrannt werden. Ein Hineinschlagen der Flamme in den hinteren Teil der Muffel ist ebenfalls zu verhüten. Die Verbrennungsgase können leicht reduzierend wirken und dadurch die Verbrennung sehr verzögern.

Wie schon oben gesagt, muſs die Asche eine leichte, lockere Masse bilden, welche nicht am Boden der Schale zusammengeschmolzen ist. Hat man eine sehr schwer verbrennbare Kohle, so darf nicht etwa zur Beförderung der Verbrennung mehr Schwefelsäure hinzugegeben werden. Die vollständige Verbrennung kann man dann so erreichen, daſs man einige Tropfen starker Salpetersäure in den hinteren Teil der Muffel bringt und so durch die entstehenden Dämpfe die Oxydation zu Ende führt.

Die Asche soll sich stets, wenn nicht mechanische Verunreinigungen zugegen sind, in Wasser lösen und soll stets eine neutrale oder schwach saure Reaktion gegen Lackmuspapier geben. Ist letztere alkalisch, so sind Sulfide entstanden, und muſs die Bestimmung wiederholt werden.

Hat man weder Veraschungsofen noch eine Platinmuffel zur Verfügung, so kann man die Veraschung auch in einem Platintiegel ausführen. Man verbrennt die Kohle im schräg gestellten Tiegel und erhält als Asche geschmolzene doppelschwefelsaure Salze. Diese müssen in die neutralen Salze übergeführt werden und es geschieht dies am besten auf folgende Weise, indem man mittelst eines Platinlöffels oder eines zusammengebogenen Platinbleches ein Stückchen Ammoniumkarbonat in den Tiegel hängt, diesen dann mit dem Deckel bedeckt und so lange erhitzt, bis sich das kohlensaure Ammon verflüchtigt hat.

Es kommt häufig vor, daſs Rohzucker, besonders solche niedrigerer Qualität, mechanische Verunreinigungen enthalten. Die Zucker lösen sich trübe in Wasser auf und man nennt derartige Zucker *„trüblöslich"*. Bei solchen Produkten können nun entweder die Gesamtaschen, d. h. die anorganischen Salze + Verunreinigungen, oder auch nur die Salze allein ermittelt werden. Handelt es sich um die Bestimmung der Salze *(Rein-*

asche), so verfährt man folgendermassen: Eine gröfsere Menge des Zuckers, ca. 15 g, werden zu 50 ccm gelöst, die Lösung wird durch ein trockenes Filter filtriert, 10 ccm oder 3 g Zucker in der Veraschungsschale auf dem Wasserbade zur Trockne eingedampft und dann mit Schwefelsäure in der üblichen Weise verascht.

Die Bestimmung der Reinasche ist nicht handelsüblich.

Bisweilen wird die Bestimmung der kohlensauren Asche in Sirupen und Melassen verlangt oder auch die Ermittelung des Kalkgehaltes gewünscht. Hierbei hat man in Rücksicht auf die Eigenschaften der Kalisalze in folgender Weise zu verfahren: In einer weiten Platinschale verkohlt man etwa 5 g Substanz so, dafs die Schale nirgends zu starkem Glühen erhitzt wird. Da es hierbei vorkommen kann, dafs die aufsteigende Masse über den Rand hinaustreten will, so mufs man manchmal die Flamme von oben auf die kohlende Masse einwirken lassen.

Entweichen keine brennbaren Gase mehr, so zerdrückt man die Masse mit einem glatten Pistill, von welchem man etwa anhaftende Kohleteilchen mit einer Federfahne entfernt. Nun wird noch einmal so vorsichtig erhitzt, dafs keine Veraschung eintritt, um etwa vorhandene empyreumatische Substanz zu zersetzen. Nach dem Erkalten giefst man heifses Wasser auf die Kohle, filtriert durch ein quantitatives Filter und wäscht mit etwa 100 ccm siedendem Wasser nach. Das Filter mit der Kohle bringt man nun in die Schale zurück und verascht bei mäfsiger Rotglut. Dies geht gewöhnlich sehr schnell vor sich. Die Zuckerkohle hält aber immer noch einen kleinen Teil der Alkalisalze zurück, und man mufs dieselbe Auslaugung noch einmal wiederholen, um die wasserlösliche sogenannte Alkaliasche von der unlöslichen Kalkasche zu befreien. Um den bei der Verbrennung gebildeten Ätzkalk in kohlensauren Kalk zurück zu verwandeln, befeuchtet man den Rückstand mit einigen Tropfen einer mit Ammoniak versetzten Lösung von Ammoniumkarbonat, filtriert dann und wäscht wieder mit kochendem Wasser nach. Das Filter wird nun in der Schale vollständig verascht, mit kohlensaurem Ammon nochmals befeuchtet, letzteres durch Eindampfen verjagt, worauf man noch einmal über der Flamme schwach erhitzt. Nach dem Erkalten im Exsikkator wägt man und erhält aus der Differenz Schale + Rückstand — Schale das gewünschte Gewicht für die kohlensaure Kalkasche, welches dann auf Prozente umgerechnet wird.

Die Alkalien, welche in den Filtraten enthalten sind, kann man nun so bestimmen, dafs die vereinigten Filtrate in einer gewogenen Schale auf dem Wasserbade zur Trockne eingedampft, im Trockenschranke bei einer etwas über 100° liegenden Temperatur getrocknet und dann über freier Flamme bis zu beginnendem Schmelzen erhitzt werden. Nach dem Erkalten wägt man und erhält aus der Differenz Schale + Rückstand — Schale

die gesuchte kohlensaure Alkaliasche, welche dann noch auf Prozente umzurechnen ist.

Bestimmung der Alkalität.

Nach den Beschlüssen der Handelschemiker vom 18. Dezember 1900 wird die Alkalität der Rohzucker nach der Herzfeld'schen[1]) Methode folgendermafsen ausgeführt:

Zur Ausführung der Alkalitätsbestimmung benötigt man einer Reihe von Flüssigkeiten, deren Herstellung zunächst beschrieben werden soll.

1. Eine konzentrierte Phenolphthaleïnlösung.

Die konzentrierte Phenolphthaleïnlösung wird hergestellt durch Lösen käuflichen Phenolphthaleïns in 90 prozentigem Alkohol und zwar im Verhältnis 1 : 30.

Anmerkung. Das käufliche Phenolphthaleïn ist mehr oder weniger sauer reagierend, worauf jedoch keinerlei Rücksicht genommen wird. Die Phenolphthaleïnlösung wird *nicht* neutral oder schwach alkalisch gemacht.

2. Neutrales Wasser.

Das neutrale Wasser soll zum Lösen des Rohzuckers dienen und werden bei nicht stark dunklen Zuckern 100 ccm verwendet. Die Bereitung des neutralen (destillierten) Wassers ist folgende: Man nehme z. B. 10 l Wasser, füge 5 ccm konzentrierte Phenolphthaleïnlösung hinzu und darauf so viel der später beschriebenen Natronlauge, bis dauernd schwache Rotfärbung eintritt. Da diese schwache Alkalität infolge verschiedener Einflüsse nach 1—2 Tagen verschwindet, tut man gut, nur immer eine für diese Zeit dem Verbrauch entsprechende Menge dieses Wassers herzustellen.

Bei der Untersuchung füllt man einen ca. 2 l fassenden Kochkolben zu $^2/_3$ mit diesem Wasser und neutralisiert es mit der nachfolgend beschriebenen Schwefelsäure. Die Alkalität soll nur eine derart starke gewesen sein, dafs auf je 100 ccm Wasser ein Zusatz von $^1/_2$ ccm Schwefelsäure zum Neutralisieren genügt.

3. Die verdünnte Schwefelsäure.

Die Schwefelsäure ist derart eingestellt, dafs 1 ccm derselben eine Kalkalkalität von 0,0001 neutralisieren würde, d. h. die Schwefelsäure enthält 0,175 g H_2SO_4 im Liter.

[1]) Vereinszeitschrift 1900, I, 442.



Man stellt die Lösung am besten genügend scharf her, indem man zu 9,864 l Wasser 36 ccm $^1/_1$ Normalschwefelsäure fügt.

4. Die verdünnte Natronlauge.

Die Natronlauge ist gegen die Schwefelsäure eingestellt, d. h. 1 ccm entspricht einer Kalkalkalität von 0,0001 oder 1 l enthält 0,143 g *NaOH*.

Die Alkalitätsbestimmungen.

Die Menge des angewendeten Rohzuckers beträgt 10 g, und werden dieselben in der Regel in einer Porzellanschale in 100 ccm neutralisierten Wassers gelöst (siehe unter 2).

Es sind nur zwei Fälle vorgesehen: 1. der Zucker ist alkalisch, 2. der Zucker ist sauer.

Anmerkung: Der Begriff eines neutralen Zuckers ist somit nicht vorgesehen.

1. Der Zucker ist alkalisch.

Tritt beim Lösen des Zuckers in dem neutralen Wasser eine Rotfärbung auf, so ist der Zucker alkalisch. Erscheint diese Rotfärbung nur sehr schwach oder unbestimmt, so gibt man langsam von der erwähnten Schwefelsäure hinzu. Tritt hierbei ein Farbenumschlag ein, so ist der Zucker als alkalisch zu bezeichnen.

Tritt kein Farbenumschlag ein, so ist der Zucker sauer.

2. Der Zucker ist sauer.

Der Zucker ist als sauer zu bezeichnen, wenn beim Lösen desselben keine Rotfärbung auftritt oder durch Zusatz von Schwefelsäure kein Farbenumschlag erzeugt werden kann.

3. Alkalitätsbestimmung von dunklen Rohzuckern.

Bei dunklen Zuckern genügen in der Regel 100 ccm neutralisierten Wassers nicht, es mufs vielmehr so viel Wasser hinzugesetzt werden, bis die Zuckerlösung so hell erscheint, dafs eine Filtration möglich ist. Im übrigen ist die Bestimmung die gleiche wie unter 1 und 2.

Bestimmung des Invertzuckergehaltes.

Wie schon früher (S. 114) hervorgehoben wurde, geschieht die Bestimmung des Invertzuckers vermittelst Fehling'scher Lösung. Man benutzt hierbei die Eigenschaft des Invertzuckers, das Kupfer einer alkalischen Kupferoxydlösung in Form des unlöslichen Kupferoxydules auszufällen. Alle anderen reduzierenden Zuckerarten, wie z. B. die Glykose, Lävulose, Maltose und der Milchzucker, besitzen diese Eigenschaft ebenso wie der Invertzucker.

In Zuckerfabriksprodukten hat man aber noch mit anderen reduzierenden Stoffen zu rechnen und dies sind in erster Linie die Überhitzungsprodukte des Rohrzuckers,[1]) deren chemische Natur noch sehr wenig erforscht ist und welche nicht durch Bleiessig entfernt werden können, sodann die Karamelkörper, deren Natur schon einigermafsen bekannt ist, und dann noch tiefer zersetzte Abbauprodukte des Zuckers. Alle diese Stoffe wirken in gleichem Sinne auf das Kupfer ein und werden stets ihrer Menge entsprechend das Gewicht des ausgefällten Kupfers erhöhen.

Wie man also hieraus ersieht, ist man nie ganz sicher, eine dem wirklich vorhandenen Invertzucker entsprechende Kupfermenge zu erhalten, und so mufs man sich noch bis auf weiteres darauf beschränken, an der Hand genauer Vorschriften wenigstens zu solchen Resultaten zu kommen, welche annähernd richtig sind und vor allen Dingen eine Vergleichung untereinander zulassen.

Im übrigen sei auf S. 114 ff. hingewiesen.

Wenn auch das durch die Linksdrehung des Invertzuckers verminderte Polarisationsresultat zur Berechnung des Invertzuckergehaltes benutzt werden könnte — bekanntlich hebt 1 Teil Invertzucker die Drehung von etwa 0,34 Teilen Rohrzucker auf — so ist es durchaus unzulässig, eine auf dieser Zahl beruhende Korrektion anzubringen, denn dieser Faktor 0,34 steht noch nicht endgültig fest und aufserdem liegen noch mancherlei Bedenken gegen denselben vor.[2])

Die gewichtsanalytische Bestimmung geringer Mengen Invertzucker neben Rohrzucker.

1. *Qualitative Prüfung.*

Bei der Ausführung der qualitativen Prüfung verfährt man in genau derselben Weise wie bei den quantitativen Bestimmungen, auch hält man

[1]) Stolle, Vereinszeitschrift 1903, 1138.

[2]) Lippmann, Chemie der Zuckerarten, 1895, 827.



hier peinlichst die betreffende vorgeschriebene Kochzeit ein. Man löst 10 g Zucker zu 50 ccm oder nimmt 38,4 ccm der Polarisationsflüssigkeit, welche dann auf 50 ccm zu verdünnen sind, und kocht mit 50 ccm Fehling'scher Lösung in einem Erlenmeyer-Kolben. Es ist Invertzucker vorhanden, wenn sich dabei eine wägbare, 50 mg übersteigende Kupfermenge (aus Oxydul umgerechnet) abgeschieden hat.

2. Quantitative Bestimmung kleinerer Invertzuckermengen.

Die Frage, ob der zu untersuchende Zucker eine 1 Prozent übersteigende Menge Invertzucker enthält, wird folgendermafsen entschieden.

In einer Porzellanschale oder in einem Erlenmeyer-Kolben werden 5 g Zucker in 20 ccm heifsem Wasser gelöst oder 20 ccm Polarisationslösung abpipettiert. Darauf setzt man 12 ccm frisch gemischte Fehling'sche Lösung hinzu und kocht 2 Minuten lang. Enthält der Zucker unter oder unwesentlich über 1 Prozent Invertzucker, so mufs die überstehende Flüssigkeit noch blau gefärbt sein oder mit einer mit Essigsäure stark angesäuerten Ferrocyankaliumlösung eine braune Fällung geben (S. 122). Ist eine gröfsere Menge Invertzucker vorhanden, so entsteht kein Niederschlag mit Ferrocyankalium, denn das Kupfer ist als Oxydul ausgefallen. In ersterem Falle ist die für die Bestimmung geringerer Mengen gegebene Vorschrift anzuwenden, während im letzteren Falle nach der später zu beschreibenden Methode für gröfsere Invertzuckermengen zu arbeiten ist.

20 g der zu prüfenden Substanz werden zu 100 ccm gelöst und filtriert. Sind gröfsere Mengen von durch Bleiessig fällbaren Körpern vorhanden, so müssen diese vorher durch Zusatz von Bleiessig entfernt werden. Hierbei hüte man sich, einen zu grofsen Überschufs von Bleiessig anzuwenden. Der vorhandene Bleiüberschufs wird durch Hinzufügen einer Lösung von Natriumkarbonat entfernt. (Über die genauen Vorschriften siehe weiter unten.)

50 ccm der klar filtrierten Lösung, welche 10 g Substanz enthalten, bringt man in einen Erlenmeyer-Kolben, fügt 50 ccm frisch gemischter Fehling's Lösung hinzu und kocht unter den auf S. 116 angegebenen Vorsichtsmafsregeln genau 2 Minuten. Hierauf wird die Flamme sofort entfernt, 100 ccm kaltes Wasser eingegossen und über ein gewogenes Asbestfilter filtriert.

Das Kupferoxydul wird mit kochendem Wasser gut ausgewaschen, mit Alkohol und Äther nachgedeckt, getrocknet und nach vorherigem Oxydieren zu metallischem Kupfer reduziert.

Aus der Herzfeld'schen Tabelle VII a liest man dann ohne weiteres die den gefundenen Milligrammen Kupfer entsprechenden Prozente Invertzucker ab.

Mufs die zu untersuchende Substanz vorher durch Bleiessig gereinigt werden, so stellt man sich die zur Bestimmung erforderlichen 10 g in 50 ccm nach folgenden Vorschriften[1]) her:

a) 25 g Substanz werden mit Bleiessig zu 100 ccm gelöst, 60 ccm des Filtrates zur Entfernung des Bleies mit kohlensaurem oder schwefelsaurem Natron versetzt und zu 75 ccm aufgefüllt und durch ein trockenes Filter filtriert; 50 ccm des Filtrates enthalten dann 10 g Substanz.

b) 33 g Substanz mit Bleiessig zu 150 ccm (oder 44 g zu 200 ccm), 100 ccm des Filtrates mit Soda zu 110 ccm. Davon 50 ccm = 10 g.

c) Will man die Polarisationsflüssigkeit anwenden, so bringt man 50 ccm mit Wasser und Sodalösung auf 65,1 ccm und verwendet 50 ccm.

Ist zur Polarisation kein Bleiessig verwendet worden, so verdünnt man 38,4 ccm der Polarisationsflüssigkeit mit 11,6 ccm Wasser zu 50 ccm.

Zur Invertzuckerbestimmung müssen stets frisch bereitete Lösungen genommen werden; stehen verdünnte Zuckerlösungen längere Zeit, so wächst der Invertzuckergehalt auf Kosten des Rohrzuckers.

Da auch bei gänzlich invertzuckerfreien Rohrzuckerlösungen stets eine geringe Menge Kupferoxydul ausfällt, bei 10 g Substanz und 2 Minuten Kochdauer ungefähr 30 mg Kupfer, so ist man übereingekommen, Zucker, welche weniger als 50 mg Kupfer reduzieren, als invertzuckerfrei anzusprechen.

Es mag gleich hier darauf hingewiesen werden, dafs bei manchen zuckerhaltigen Produkten, hauptsächlich bei Abläufen späterer Produkte und Melassen, bei Anwendung von 10 g Substanz häufig kein roter Niederschlag von Kupferoxydul, sondern eine gelbe oder grünliche Fällung entsteht. Es ist dies auf anwesende Dextrine zurückzuführen, welche während des Fabrikationsverlaufes, besonders aber während der Sude, als Kondensationsprodukte der Saccharose entstanden sind.[2])

Wendet man aber anstatt der vorgeschriebenen 10 g nur 5 g Substanz an, so wird dieser Übelstand meistens vermieden; der Niederschlag zeigt dann die rote Farbe des Kupferoxydules.

Im übrigen sind auch hier die von Herzfeld gegebenen Vorschriften streng einzuhalten. Die Berechnung geschieht nach der Tabelle VIIb, welche von Baumann[3]) aufgestellt ist.

(Siehe Tabellen VIIa und VIIb, S. 155.)

Beispiel I. 20 g eines invertzuckerhaltigen Zuckers werden zu 100 ccm gelöst und filtriert. 50 ccm der klaren Lösung wurden mit

[1]) Baumann, Korrespondenzblatt 1892, No. 8.

[2]) Stolle, Vereinszeitschrift 1903. Vortrag auf dem Internationalen Kongrefs für angewandte Chemie 1903.

[3]) Vereinszeitschrift 1892, 825.



Tabelle VII a.

Zur Berechnung des Prozentgehaltes an Invertzucker bei Gegenwart von Saccharose aus dem gefundenen Kupfer für 10 g Substanz. (Herzfeld.)

Cu mg	Invertzucker %	*Cu* mg	Invertzucker %	*Cu* mg	Invertzucker %	*Cu* mg	Invertzucker %
50	0,05	120	0,40	190	0,79	255	1,16
55	0,07	125	0,43	195	0,82	260	1,19
60	0,09	130	0,45	200	0,85	265	1,21
65	0,11	135	0,48	205	0,88	270	1,24
70	0,14	140	0,51	210	0,90	275	1,27
75	0,16	145	0,53	215	0,93	280	1,30
80	0,19	150	0,56	220	0,96	285	1,33
85	0,21	155	0.59	225	0,99	290	1,36
90	0,24	160	0,62	230	1,02	295	1,38
95	0,27	165	0,65	235	1,05	300	1,41
100	0,30	170	0,68	240	1,07	305	1,44
105	0,32	175	0,71	245	1,10	310	1,47
110	0,35	180	0,74	250	1,13	315	1,50
115	0,38	185	0,76				

Tabelle VII b.

Zur Berechnung des Prozentgehaltes an Invertzucker bei Gegenwart von Saccharose aus dem gefundenen Kupfer für 5 g Substanz. (Baumann.)

Cu mg	Invertzucker %	*Cu* mg	Invertzucker %	*Cu* mg	Invertzucker %	*Cu* mg	Invertzucker %
(35)	(0,04)	110	0,83	185	1,65	255	2,44
40	0,09	115	0,88	190	1,70	260	2,50
45	0,14	120	0,93	195	1,76	265	2,56
50	0,19	125	0,99	200	1,82	270	2,62
55	0,25	130	1,04	205	1,87	275	2,68
60	0,30	135	1,10	210	1,93	280	2,74
65	0,35	140	1,15	215	1,98	285	2,79
70	0,40	145	1,21	220	2,04	290	2,85
75	0,45	150	1,26	225	2,10	295	2,91
80	0,51	155	1,31	230	2,16	300	2,97
85	0,56	160	1,37	235	2,21	305	3,03
90	0,61	165	1,42	240	2,27	310	3,09
95	0,66	170	1,48	245	2,33	315	3,15
100	0,72	175	1,54	250	2,39	320	3,21
105	0,77	180	1,59				

50 ccm Fehling's Lösung genau 2 Minuten gekocht und das ausgefallene Kupferoxydul im Asbestrohr als Kupfer gewogen.

Rohr + Kupfer = 59,7856 g
Rohr = 59,7317 „
Kupfer = 0,0539 g.

Nach der Herzfeld'schen Tabelle enthält der Zucker 0,07 Prozent Invertzucker.

Beispiel II. 10 g eines invertzuckerhaltigen Sirups werden zu 100 ccm gelöst und 50 ccm = 5 g Substanz mit 50 ccm Fehling's Lösung genau 2 Minuten gekocht, das Kupfer als Metall gewogen.

Rohr + Kupfer = 59,0753 g
Rohr = 58,7653 „
Kupfer = 0,3100 g.

Nach der Baumann'schen Tabelle enthält der Sirup 3,09 Prozent Invertzucker.

Die gewichtsanalytische Bestimmung gröfserer Mengen Invertzucker neben Rohrzucker.

Handelt es sich um die Bestimmung gröfserer Mengen von Invertzucker neben Rohrzucker, so kann der erstere nicht mehr nach der oben angegebenen Methode ermittelt werden, denn 50 ccm Fehling'sche Lösung reichen nur bis ungefähr 2 Prozent Invertzucker aus. In diesem Falle mufs die zur Verwendung gelangende Zuckermenge erst vorher ermittelt werden. Dies erreicht man am bequemsten so, dafs man 10 g Substanz zu 100 ccm löst. In mehrere Reagenzgläser bringt man nun je 5 ccm der Fehlingschen Lösung und setzt darauf steigende Mengen der Zuckerlösung hinzu. So z. B. fügt man zu dem ersten 1 ccm, zum zweiten 2 ccm, zum dritten 3 ccm, kocht auf und sieht nun zu, in welchem Gläschen die blaue Lösung nicht mehr entfärbt wird. Tritt dies z. B. bei dem Gläschen ein, in welchem 6 ccm Zuckerlösung waren, so sind nur 6 g Zucker zur Analyse zu verwenden. Wenn die Farbe der Fehling'schen Lösung gelb oder braun ist, so filtriert man und prüft das Filtrat nach starkem Ansäuren mit Essigsäure mittelst Ferrocyankaliumlösung. Tritt eine Fällung oder eine Braunfärbung ein, so war noch unreduziertes Kupferoxyd vorhanden.

Nun wägt man die doppelte ermittelte Menge Substanz ab, löst dieselbe zu 100 ccm, filtriert und kocht 50 ccm derselben mit 50 ccm

Fehling'scher Lösung, filtriert durch ein gewogenes Asbestrohr und verfährt im übrigen genau so, wie früher angegeben wurde.

Die Berechnung des Invertzuckers geschieht nun auf folgende Weise:

P sei die direkte Polarisation der Substanz,

p die zur Invertzuckerbestimmung angewendete Menge derselben,

Cu das gefundene Kupfer in Grammen.

Die Menge des Invertzuckers kann annähernd $= \frac{Cu}{2}$ gesetzt werden und wird mit A bezeichnet. Aus der Gleichung

$$\left(A + \frac{p \cdot P}{100}\right) : A = 100 : B$$

berechnet man B, d. h. diejenige Menge Invertzucker, welche in 100 Teilen Rohrzucker + Invertzucker (Gesamtzucker) vorhanden ist.

Den prozentualen Gehalt der Substanz an Inverzucker findet man nach der Formel

$$\frac{Cu}{p} \cdot F = {}^0/_0 \text{ Invertzucker.}$$

In dieser Formel ist p die zur Analyse verwendete Substanzmenge in Grammen. F ist ein Faktor, welcher aus der von Meifsl[1]) zuerst aufgestellten und dann von Hiller[2]) zwecks Bestimmung gröfserer Invertzuckermengen erweiterten Tabelle VIII zu entnehmen ist.

Die Tabelle benutzt man folgendermafsen: Man sucht diejenige Spalte und die Zeile, deren Bezeichnungen den für Cu und B gefundenen und berechneten Werten am nächsten kommen. An der Stelle, an welcher sich die Spalten kreuzen, findet man den Wert für den Faktor F.

(Siehe Tabelle VIII, S. 158.)

Beispiel.

Direkte Polarisation	$P = 85{,}3$.
Zur Invertzuckerbestimmung angewendete Menge Substanz	$p = 4{,}0$ g.
Gefundenes Kupfer	$Cu = 0{,}320$ g.
Annähernde Menge Invertzucker	$\frac{Cu}{2} = A = 0{,}160$ g.

Durch Einsetzen dieser Werte in die Gleichung $\left(A + \frac{p \cdot P}{100}\right) : A = 100 : B$ erhält man

$$\left(0{,}160 + \frac{4 \cdot 85{,}3}{100}\right) : 0{,}160 = 100 : B.$$

$$3{,}572 : 0{,}160 = 100 : B; \qquad B = 4{,}48.$$

---

1) Vereinszeitschrift 1883, 765.

2) Ebenda 1889, 734.

Tabelle VIII.

Tabelle der bei der Bestimmung des Invertzuckers neben Rohrzucker in Rechnung zu stellenden Faktoren.[1] **(E. Hiller.)**

Invertzucker auf 100 Gesamtzucker $= B$	Milligramm Invertzucker $= A$						
	200	175	150	125	100	75	50
100	56,4	55,4	54,5	53,8	53,2	53,0	53,0
90	56,3	55,3	54,4	53,8	53,2	52,9	52,9
80	56,2	55,2	54,3	53,7	53,2	52,7	52,7
70	56,1	55,1	54,2	53,7	53,2	52,6	52,6
60	55,9	55,0	54,1	53,6	53,1	52,5	52,4
50	55,7	54,9	54,0	53,5	53,1	52,3	52,2
40	55,6	54,7	53,8	53,2	52,8	52,1	51,9
30	55,5	54,5	53,5	52,9	52,5	51,9	51,6
20	55,4	54,3	53,3	52,7	52,2	51,7	51,3
10	54,6	53,6	53,1	52,6	52,1	51,6	51,2
9	54,1	53,6	52,6	52,1	51,6	51,2	50,7
8	53,6	53,1	52,1	51,6	51,2	50,7	50,3
7	53,6	53,1	52,1	51,2	50,7	50,3	49,8
6	53,1	52,6	51,6	50,7	50,3	49,8	48,9
5	52,6	52,1	51,2	50,3	49,4	48,9	48,5
4	52,1	51,2	50,7	49,8	48,9	47,7	46,9
3	50,7	50,3	49,8	48,9	47,7	46,2	45,1
2	49,9	48,9	48,5	47,3	45,8	43,3	40,0
1	47,7	47,3	46,5	45,1	43,3	41,2	38,1

In der Hiller'schen Tabelle findet man an der Kreuzungsstelle der Reihen 150 und 4 den Faktor $F = 51{,}2$.

Setzt man nun in die Formel $\frac{Cu}{p} \cdot F = \%$ Invertzucker die entsprechenden Werte ein, so erhält man

$$\frac{0{,}320}{4} \cdot 51{,}2 = 4{,}096\ \%\ \text{Invertzucker.}$$

Titrimetrische Bestimmung des Invertzuckers neben Rohrzucker (Cyankalimethode).

Anstatt, wie in den soeben geschilderten Methoden, den Invertzuckergehalt aus dem gewogenen reduzierten Kupfer zu bestimmen, kann man

[1] Zuckersteuergesetz vom 27. Mai 1896.

auch in der S. 123 angegebenen Weise das nicht reduzierte Kupferoxyd durch Titration mit Cyankali bestimmen und durch Abzug dieser Zahl von dem Kupfergehalte der Fehlings'schen Lösung die Menge des reduzierten Kupfers berechnen.

Verfasser benutzt diese Methode seit einigen Jahren ausschliefslich und die sehr gute Übereinstimmung der auf diese Weise ermittelten Zahlen mit denen durch die Gewichtsanalyse gefundenen, hat die Zuverlässigkeit derselben aufser jeden Zweifel gestellt.

Vor allen Dingen aber hat diese Differenzmethode den grofsen Vorzug der Schnelligkeit und dies ist für die Technik ein nicht zu unterschätzender Faktor.

Die genaue Anleitung zur Ausführung ist bereits auf S. 123 ff. gegeben, weshalb an dieser Stelle nur noch kurz darauf zurückzukommen ist.

20 g invertzuckerhaltigen Rohrzuckers wurden zu 100 ccm wässeriger Lösung gelöst.

10 g = 50 ccm Lösung wurden mit 50 ccm Fehling'scher Lösung gekocht, auf 250 aufgefüllt, filtriert und 50 ccm des Filtrates mit $^1/_4$ Normal-Cyanlösung titriert unter Zusatz der Ammoniak-Ammoniumkarbonatlösung.

50 ccm erforderten 33,85 cm $^1/_4$ Normallösung.

$$\frac{33{,}85}{4} = 8{,}712 \text{ ccm } ^1/_1 \text{ Normallösung.}$$

5 . 8,712 = 43,560 ccm für 50 ccm Fehling's Lösung.

Der Titer der $^1/_1$ Normallösung ist 0,00887 g Kupfer pro Kubikzentimeter.

43,560 . 0,00887 = 0,3863 g Kupfer.

Kupfergehalt der Fehling'schen Lösung .	0,4402 g.
Gefunden nach der Reduktion	0,3863 „
	0,0539 g Kupfer reduziert.

Nach der Herzfeld'schen Tabelle für 10 g Zucker ergibt sich der Invertzuckergehalt zu 0,07 Prozent.

Auch für gröfsere Invertzuckermengen wird in genau derselben für diese Fälle vorgeschriebenen Weise gearbeitet; man berechnet jedesmal das für die angewendete Substanzmenge gefundene Kupfer und setzt dann den Wert in die angegebenen Gleichungen ein.

Berechnung des organischen Nichtzuckers.

Alle Zucker oder zuckerhaltigen Stoffe der Zuckertechnik enthalten aufser Zucker, Wasser und Asche auch noch organischen Nichtzucker. Direkte Methoden zur Ermittelung dieses organischen Nichtzuckers gibt es nicht, ja es ist aus leicht einzusehenden Gründen nicht möglich, geringe Mengen von Stoffen zu bestimmen, über deren chemische Natur und Zusammensetzung so gut wie gar nichts bekannt ist, deren Herkunft z. T. schon in der Rübe zu suchen ist, oder welche im Verlaufe der Fabrikation als Kondensations- und Abbauprodukte des Zuckers entstanden sind.

Man berechnet den Gehalt an organischem Nichtzucker derart, dafs man die Summe von Polarisation, Wasser und Asche von 100 abzieht.

Eine Rohzuckeranalyse gibt dann z. B. folgendes Bild:

95,30 %	Zucker,
1,85 „	Wasser,
1,30 „	Asche,
1,55 „	organischer Nichtzucker.
= 100,00 %.	

Untersuchung von Produkten, die Rohrzucker, Raffinose und gröfsere Mengen Invertzucker gleichzeitig enthalten.

Bekanntlich können nach der auf S. 127 beschriebenen Raffinoseformel nur solche Produkte untersucht werden, welche *nur* Rohrzucker und Raffinose, aber keinen oder nur höchstens in zu vernachlässigenden Mengen Invertzucker enthalten. Für den Fall, dafs gröfsere Mengen Invertzucker zugegen sind, hat Wortmann[1]) Formeln aufgestellt, mittelst welcher die genannten Körper aus der direkten Polarisation, der Inversionspolarisation und dem nach Meifsl-Hiller direkt zu bestimmenden Invertzuckergehalt berechnet werden sollen. Diese Formeln bedingen eine auch von Wortmann anerkannte ziemlich umständliche Rechnung, ausserdem können sie nur dann angewendet werden, wenn der Invertzucker seine normale Linksdrehung besitzt.

Dies aber wird bei derartigen Produkten (es handelt sich dabei meist um sirupartige Produkte; diese Methode ist an dieser Stelle nur der

[1]) Vereinszeitschrift 1889, 767.

Vollständigkeit halber eingefügt) selten der Fall sein. Nach Degener's[1]) Untersuchungen nimmt die Linksdrehung des Invertzuckers beim Eindampfen im Vakuum ab, ja sie kann sogar in Rechtsdrehung übergehen. Dieses anormale Drehungsvermögen behält der Sirup auch beim Auflösen in Wasser und wird erst durch Erhitzen mit Salzsäure wieder in die normale Drehung zurückgeführt. Derartige Produkte erfordern meist zur Ausführung der direkten Polarisation Bleiessigzusatz, und dieser beeinflufst auch das Resultat derselben. Hieraus ergibt sich, dafs bei gröfserem Invertzuckergehalt die direkte Polarisation bei der Berechnung ein sehr unsicherer Faktor ist.

Da jedoch der optisch veränderte Invertzucker beim Erhitzen mit Salzsäure wieder seine normale Drehung annimmt, so kann die Inversions-Polarisation mit Vorteil für die Berechnung angewendet werden. Auch die Bestimmung des Invertzuckers nach der oben beschriebenen Meifsl-Hiller'schen Methode gibt genügend sichere Resultate. Durch die Bestimmung des Gesamtzuckers mit Fehling'scher Lösung in der invertierten Flüssigkeit (siehe S. 114) hat man dann einen genügenden Ersatz für die direkte Polarisation. Das hierbei erhaltene Kupfer stammt erstens aus dem aus der Saccharose durch die Inversion entstandenen und dem als solchen ursprünglich bereits schon vorhandenen Invertzucker, zweitens aus den reduzierenden Spaltungsprodukten der Raffinose. Man kann nun dadurch, dafs man die bei dieser Bestimmung sich ergebende Kupfermenge in zweckentsprechender Weise mit der Inversions-Polarisation in Beziehung bringt, vermittelst geeigneter Formeln den Gesamtzucker (Saccharose + Invertzucker als Rohrzucker berechnet) sowie die Raffinose berechnen.

Man arbeitet folgendermafsen: In der invertierten Flüssigkeit wird der Gesamtzucker nach Herzfeld's Methode (mit 0,1628 g) bestimmt. Dann führt man eine Inversions-Polarisation aus und berechnet nun nach folgenden Formeln:

$$\text{I. Zucker (Gesamtzucker)} \quad Z = \frac{582{,}98 \,.\, Cu - (J \,.\, F_2)}{0{,}9491 \,.\, F_1 + 0{,}3266 \,.\, F_2}.$$

$$\text{II. Raffinose} \;.\;.\;.\;.\;.\; R = 1{,}054 \,.\, J + 0{,}344 \,.\, Z.$$

In diesen Formeln bedeutet:

Z den Gehalt an Rohrzucker + Invertzucker als Rohrzucker gerechnet (Gesamtzucker),

J die Invertzucker-Polarisation,

F_1 den Reduktionsfaktor der invertierten Saccharose,

F_2 den Reduktionsfaktor der invertierten Raffinose,

Cu die gesamte Kupfermenge,

R den Gehalt an wasserfreier Raffinose.

[1]) Vereinszeitschrift 1886, 344.

Die Reduktionsfaktoren F_1 und F_2 ermittelt man, indem man in den Tabellen zur Berechnung des Rohrzuckers[1]) bezw. Raffinosegehaltes[2]) die gefundene Zahl für Kupfer aufsucht und sie durch die daneben stehende Zahl für Zucker bezw. Raffinose dividiert. Da jedoch die Reduktionsfaktoren nur sehr langsam abnehmen, so ist es nicht erforderlich, dieselben für jeden Fall zu berechnen, es genügt vollkommen, dies von 10 zu 10 mg Kupfer zu tun. Für die hauptsächlich in Betracht kommenden Kupfermengen von 0,150—0,200 g benutzt man die von Baumann angegebenen vereinfachten Formeln:

$Cu =$	$Z =$	
0,150	$248{,}1 \,.\, Cu - 0{,}605 \,.\, J$	
0,160	$248{,}4 \,.\, Cu - 0{,}604 \,.\, J$	
0,170	$248{,}7 \,.\, Cu - 0{,}604 \,.\, J$	
0,180	$249{,}2 \,.\, Cu - 0{,}604 \,.\, J$	$R = 1{,}054 \,.\, J + 0{,}344\ Z.$
0,190	$249{,}7 \,.\, Cu - 0{,}604 \,.\, J$	
0,200	$250{,}0 \,.\, Cu - 0{,}604 \,.\, J$	

Soll aufser dem Gesamtzucker noch die vorhandene Saccharose als solche bestimmt werden, so führt man ferner eine direkte Invertzuckerbestimmung aus, wobei man zur Berechnung des Hiller'schen Faktors F an Stelle der direkten Polarisation den nach obigen Formeln ermittelten Gesamtzuckergehalt benutzt. Von dem so festgestellten Invertzuckergehalte bringt man dann zur Umrechnung auf Saccharose $^1/_{20}$ in Abzug und findet durch Subtraktion der so erhaltenen Zahl von dem Gesamtzucker den in der Substanz vorhandenen Rohrzucker.

Hat man nicht, wie üblich, 0,1628 g Substanz zur Bestimmung der invertierten Zuckerarten benutzt, sondern beispielsweise x Gramm, so mufs die gefundene Kupferzahl mit $\frac{0{,}1628}{x}$ multipliziert und die so ermittelte Zahl statt Cu in die obigen Formeln eingesetzt werden. Für die Berechnung der Reduktionskonstanten mufs jedoch natürlich das wirklich abgeschiedene Kupferquantum in Betracht gezogen werden.

Zur Erläuterung der obigen Formeln diene folgendes Beispiel.

Ein Sirup ergab nachstehende Zahlen:

1. Inversions-Polarisation $J = -8{,}5$ g.
2. Kupfer *nach* der Inversion, von 0,1628 g Substanz: $Cu = 0{,}184$ g.
3. Kupfer *vor* der Inversion (direkte Invertzuckerbestimmung) von 2 g Substanz: $Cu_1 = 0{,}250$ g.

Zur Benutzung der oben angegebenen *allgemeinen* Formel für den Gesamtzucker hätte man aus den entsprechenden Tabellen die Faktoren

[1]) Vereinszeitschrift 1888, 714; 1890, 786.

[2]) Ebenda 1888, 741.

$F_1 = \frac{184}{93,1}$ und $F_2 = \frac{183,6}{130}$ zu entnehmen und einzusetzen; man kann jedoch auch, ohne einen wesentlichen Fehler zu begehen, die vorstehende, für $Cu = 180$ angegebene *vereinfachte* Formel anwenden. Danach ist:

$$Z = 249,2 \,.\, 0,184 - 0,604 \,.\, (-8,5) = 50,98$$
$$R = 1,054 \,.\, (-8,5) + 0,344 \,.\, 50,98 = 8,58.$$

Um das Verhältnis von Saccharose (S) zu Invertzucker (J) zu ermitteln, setzen wir nach Hiller:

$$J = \frac{100 \frac{Cu_1}{2}}{p} = 6,25,$$

also $S + J : J = 50,98 : 6,25 = 100 : 12; \qquad S : J = 88 : 12.$

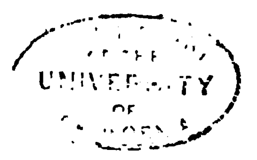
$$J = \frac{0,250 \,.\, 52,6}{2} = 6,58.$$

Hiervon wird behufs Umrechnung auf Saccharose $^1/_{20}$ in Abzug gebracht[1]) und somit 6,25 vom Gesamtzucker abgezogen.

$$S = 50,98 - 6,25 = 44,73.$$

Der untersuchte Sirup enthielt also:

44,73 % Rohrzucker,
6,58 „ Invertzucker,
8,58 „ Raffinose.



Die Bestimmung der Farbe.

Die Bestimmung der Farbe der Fabrikationsprodukte wird in einem Apparate vorgenommen, welcher die genaue Vergleichung zweier Farben gestattet. Die eine dieser Farben ist unveränderlich, sie heifst die *„Normalfarbe“*, und auf diese Normalfarbe bezieht man die zu bestimmende Farbe einer zu untersuchenden Lösung.

Unter den mannigfachen Konstruktionen von Farbenmafsen ist diejenige von Stammer allgemein in der Zuckerindustrie eingebürgert. Das verbesserte Farbenmafs dient nicht nur allein zur Bestimmung der Farbe, sondern auch zur Bestimmung der Entfärbungskraft der Knochenkohle.

1) 95 Gewichtsteile Rohrzucker ergeben bei der Inversion 100 Teile Invertzucker; aus diesem Grunde erhält man den Gehalt an Rohrzucker, wenn man die betreffende Menge Invertzucker mit 0,95 vervielfacht oder sie um den 20. Teil vermindert.

Stammer selbst beschreibt seinen in Fig. 61 abgebildeten Apparat folgendermafsen:[1])

Das Farbenmafs, in der Vorderansicht dargestellt, hat folgende Hauptteile:



Fig. 61. Farbenmafs nach Stammer.

Die weite Luftröhre *I*, unten durch eine Glasscheibe verschlossen, oben offen und seitlich mit einer Erweiterung zum Ein- und Ausgiefsen der Flüssigkeiten. Die Luftröhre ist an dem Stativ mittelst zweier Schrauben befestigt und kann erforderlichen Falles (behufs Reinigung usw.) leicht abgenommen werden.

Die Mafsröhre *III*, unten mit einer Glasscheibe verschlossen und innerhalb der Luftröhre *I* beweglich.

Die Farbenglasröhre *II*, mit *III* fest verbunden, unten offen, oben mit dem Farbenglas bedeckt; sie ist mit ihrem unteren Ende mittelst zweier Ringe mit Schrauben, aber leicht lösbar, mit der Gleitplatte verbunden, welche gemeinschaftlich mit anderen Führungen die senkrechte Verschiebung der verbundenen Röhren *II* und *III* sichern. Der Grad dieser Verschiebung wird an der Rückseite des Stativs an der Skala mit Indikator nach Millimetern abgelesen, deren Bruchteile noch geschätzt werden können.

[1]) Stammer, Zuckerfabrikation, 2. Aufl., 1887, 747.

Das Farbenglas besteht aus *zwei* aufeinander gelegten, gleichfarbigen *Glasscheiben;* die so hervorgebrachte Färbung ist als *Normalfarbe* mit 100 bezeichnet. Aufserdem sind dem Instrumente noch zwei einfache Farbgläser beigegeben, die an Stelle des Normalglases oder mit demselben zugleich benutzt werden können; man erhält so die halbe, anderthalbfache oder doppelte Normalfarbe zur Benutzung bei sehr hellen oder sehr dunklen Flüssigkeiten.

Aufserdem befindet sich an dem Instrument noch die Augenkapsel *V*, welche über die Röhren *II* und *III* gesteckt ist, und ein matter weifser Spiegel *IV*, der das gleichmäfsig zerstreute Licht in passendem Winkel von unten in die Röhren wirft. Die Augenkapsel *V* enthält eine optische Vorrichtung, infolge deren die beiden gleich oder ungleich gefärbten Sehfelder als unmittelbar aneinanderstofsende Halbkreise (wie beim Polarisations-Instrumente) erscheinen.

Man stellt das Instrument so gegen das Licht und gibt dem Spiegel *IV* eine solche Neigung, dafs beim Hineinsehen durch die Augenkapsel und nach Entfernung des Farbeglases die Sehfelder beider Röhren hell erscheinen. Nun legt man das Farbeglas mit seiner Fassung auf die Röhre *II* und füllt die Flüssigkeit, deren Farbe gemessen werden soll und die vollkommen klar (also bei wahrnehmbarer Trübung durch doppeltes Filtrierpapier filtriert) sein mufs, in die Saftröhre *I*, welche ebenso wie die Mafsröhre *III* mit ihrer Glasscheibe und Schraubenkapsel vollkommen dicht verschlossen sein mufs.

(Die Verschlufsschraube bestreicht man zweckmäfsig mit etwas Talg.)

Nun verschiebt man die verbundenen Mafs- und Farberöhren *II* und *III* so weit, bis die Farbe der zwischen den Deckgläschen der beiden Röhren *I* und *III* befindlichen Flüssigkeitsschicht derjenigen des Farbegläschens entspricht, indem beide von oben bei dem Lichte betrachtet werden, welches von dem Spiegel aufwärts durch die Röhren reflektiert wird.

Der Nullpunkt der Skala entspricht natürlich der unmittelbaren Berührung der Deckgläschen der Saft- und der Mafsröhre; eine solche kann aber infolge des Vorhandenseins einer Verschlufskapsel bei *III* nicht stattfinden; aus diesem Grunde läfst sich das Mafsrohr nicht gänzlich bis zum Nullpunkte der Skala herabschieben. Auch ist bei Verschlufs der Röhren ein etwa einzulegender Gummiring nur zwischen Glas und Kapsel, nicht zwischen Glas und Rohr einzulegen oder so dünn zu nehmen, dafs seine Dicke vernachlässigt werden kann.

Der Stand der Mafsröhre oder die Höhe der Flüssigkeitsschicht wird dann an der Skala der Rückseite des Instrumentes abgelesen. Man hat wohl einige Male einzustellen und aus den Beobachtungen das Mittel zu nehmen.

Da die Farbe der Flüssigkeit im umgekehrten Verhältnis zu der Dicke der Schicht derselben steht, welche erforderlich ist, um eine bestimmte Farbe hervorzubringen, und diese letztere hier durch 100 ausgedrückt ist, so erhält man die Farbe der Flüssigkeit, indem man die *abgelesene Millimeterzahl in 100 dividiert.*

Die Reinigung des Instrumentes ist leicht auszuführen. Werden mehrere Beobachtungen nacheinander ausgeführt, so genügt Ausgiefsen und dann Ausspülen mit den zu beobachtenden Flüssigkeiten selbst. Sonst löst man die Schrauben der Ringe, welche die Farbenröhre mit der Schiebevorrichtung verbinden, nimmt die oben verbundenen Röhren *II* und *III* heraus und reinigt nun die Saft- und Mafsröhre in gewöhnlicher Weise. Wendet man destilliertes Wasser an, so ist Austrocknen nicht erforderlich. Nötigenfalls lassen sich auch die Deckgläschen sowie der Verband der Röhren *II* und *III* mit der Mennigplatte leicht lösen.

Um eine derartige Untersuchung auszuführen, bestimmt man von dem zu untersuchenden Zucker zuerst die Polarisation, um den Gehalt an reinem Zucker zu ermitteln, dann löst man 20 g, oder bei sehr dunklen Produkten entsprechend weniger, zu 100 ccm Flüssigkeit und bestimmt die Farbe dieser Lösung in der oben geschilderten Weise. Die so erhaltene Zahl berechnet man auf 100 Teile reinen Zuckers.

Beispiel. Ein Zucker zeigte die direkte Polarisation 91,2. 20 g desselben sind zu 100 ccm gelöst, welche Lösung 15,7 an der Skala des Farbenmafses ergab. Die Farbe ist demnach:

$$\frac{100}{15,7} = 6,36.$$

Durch die direkte Polarisation wurde ein Zuckergehalt von 91,2 ermittelt, die zur Farbenbestimmung benutzten 20 g enthalten also:

$$100 : 91,2 = 20 : x; \qquad x = 18,24 \text{ g reinen Zucker.}$$

Hieraus berechnet sich auf 100 Gewichtsteile reiner Saccharose

$$18,24 : 6,36 = 100 : x; \qquad x = 34,86\ ^0/_0.$$

Prüfung auf schweflige Säure.

In der Rohzuckerfabrikation wird zur Entfärbung und Reinigung der Säfte häufig schweflige Säure benutzt. Hierbei gehen oft gröfsere oder kleinere Mengen schwefligsaurer Salze in die Rohzucker über, zuweilen ist sogar schweflige Säure in freier Form vorhanden. Sollen diese Verbindungen nachgewiesen werden, so löst man 10 g des Zuckers in ca.

30 ccm Wasser und setzt ein Stückchen chemisch reines Zink sowie 5 ccm reine Salzsäure hinzu. Ist schweflige Säure vorhanden, so wird der Geruch nach Schwefelwasserstoff auftreten, welcher bei kleinen Mengen auch durch Bräunung eines in Bleizuckerlösung getauchten Filtrierpapiers zu erkennen ist.

Nach Davidsen[1]) kann man auch folgendermaſsen verfahren: 1 bis 1,5 g Zucker werden in ca. 2 ccm sehr verdünnter Stärkelösung gelöst, worauf man einige Tropfen Jodsäurelösung hinzufügt. Tritt Blaufärbung auf, so deutet dies auf die Gegenwart von schwefliger Säure hin.

Berechnung des Rendements.

Die Zahl, welche angibt, wieviel kristallisierte *weiſse* Ware bei der Raffination des Rohzuckers aus diesem „auszubringen“ ist, nennt man *„Rendement“* oder Raffinationswert.

Sowohl für den Verkäufer als auch für den Käufer ist dieses Rendement von höchster Wichtigkeit, denn für den ersteren bedeutet es die Bewertung des Rohzuckers, und an den zweiten, den Raffinadeur, wird die Anforderung gestellt, das bezahlte Rendement unter allen Umständen an weiſser Ware herauszubringen.

Es ist aber bis jetzt noch nicht gelungen, eine beide Teile gleich befriedigende Lösung der Frage der Vorausbestimmung des Raffinationswertes zu ermitteln.

Die noch jetzt im Welthandel gebräuchliche Methode der Rendementsberechnung wurde von Monnier im Anfange der 60er Jahre auf Grund seiner Versuche so begründet, daſs das Verhältnis von Salzen zum Zuckergehalt in der Raffineriemelasse ein ziemlich gleichbleibendes war. Er fand, daſs auf je 1 Teil kohlensaure Salze etwa 5 Teile Zucker kamen. Hieraus schloſs er, daſs die Salze das melassebildende Element sind und daſs 1 Teil Salze 5 Teile Zucker an der Kristallisation verhindere und in die Melasse überführe. Das Rendement war also nun so zu ermitteln, daſs man den gefundenen Aschengehalt mit 5 multiplizierte und von der Polarisation abzog.

Wenngleich es jetzt feststeht, daſs dies Verfahren sowohl in wissenschaftlicher als auch in praktischer Hinsicht keinen Wert besitzt, so ist von dem Handel dennoch dieses sogenannte Aschenrendement beibehalten worden.

[1]) Chem. Ztg. 1887, Repert. S. 204.

Das „Neue Rendement“, dessen Berechnung so erfolgte, dafs man von der Polarisation den mit 2,25 multiplizierten Gesamtnichtzucker abzog, hat sich im Handel nicht behaupten können.

Das jetzt noch handelsübliche Rendement berechnet man, indem man das Polarisationsergebnis um den 5 fachen Aschengehalt vermindert. Hierbei geht man nur von der Annahme aus, dafs der Aschengehalt allein melassebildend wirke, und dafs die Raffinationsprozesse, sowie auch die physikalischen Eigenschaften des Rohrzuckers auf das „Ausbringen“ der weifsen Ware keinen Einflufs ausüben.

Ist in den Produkten Invertzucker vorhanden, so wird auch dieser bei der Rendementsberechnung berücksichtigt. Die Faktoren jedoch, mit welchen er multipliziert und dann vom Aschenrendement abgezogen werden soll, stehen noch nicht überall fest und sind aufserdem ganz willkürlich.

Beispiel.

Polarisation . . = 95,30
Asche . . . . = 1,85; 1,85 . 5 = 9,25.

95,30
— 9,25

Rendement = 86,05.

Zuckersteuer-Ausführungsbestimmungen nach den Abänderungen vom 6. Januar 1903.

Anlage A.

Anleitung für die Steuerstellen

zur Untersuchung der Zuckerabläufe auf Invertzucker
und Feststellung des Quotienten der weniger als 2 vom Hundert
Invertzucker enthaltenden Zuckerabläufe.

I. Allgemeine Vorschriften.

1. Bei Beginn der Untersuchung ist zunächst eine Prüfung des Ablaufs nach den unter II 1 beschriebenen Verfahren auf den Gehalt an Invertzucker auszuführen. Sobald sich dieser Gehalt zu 2 vom Hundert oder mehr ergibt, erfolgt das weitere Verfahren nach § 2 Abs. 4, 5 der Ausführungsbestimmungen.

2. Ergibt die nachfolgend unter II 2 beschriebene Untersuchung einen Quotienten von 70 oder mehr, so ist von der weiteren Prüfung des Ablaufs Abstand zu nehmen, falls nicht der Anmelder eine Untersuchung durch den Chemiker beantragt.

3. Die bei der Untersuchung der Abläufe zu verwendenden Gewichte, Mefsgeräte und Spindeln müssen geeicht oder eichamtlich beglaubigt sein.

II. Ausführung der Untersuchung.

1. Untersuchung der Zuckerabläufe auf Invertzuckergehalt.

In einer Messing- oder Porzellanschale, deren Gewicht auszugleichen ist, werden genau 10 g des nötigenfalls durch Anwärmen dünnflüssig gemachten Ablaufs abgewogen und durch Zusatz von etwa 50 ccm warmen Wassers und Umrühren mit einem Glasstab in Lösung gebracht. Die Lösung bedarf, auch wenn sie getrübt erscheinen sollte, in der Regel einer Filtration nicht. Man bringt sie in einen sogenannten Erlenmeyerschen Kolben von etwa 200 ccm Raumgehalt und fügt 50 ccm Fehling'sche Lösung hinzu.

Die Fehling'sche Lösung erhält man durch Zusammengiefsen gleicher Teile von Kupfervitriollösung (34,6 g reiner kristallisierter Kupfervitriol zu 500 ccm mit Wasser gelöst) und Seignettesalz-Natronlauge (173 g

kristallisiertes Seignettesalz zu 400 ccm mit Wasser gelöst, die Lösung vermischt mit 100 ccm einer Natronlauge, welche 500 g Natronhydrat im Liter enthält). Beide Flüssigkeiten sind fertig von einer Chemikalienhandlung zu beziehen und müssen getrennt aufbewahrt werden; von jeder sind 25 ccm mittelst besonderer Pipette zu entnehmen und der Lösung des Zuckerablaufs unter Umschütteln zuzusetzen.

Die mit der Fehling'schen Lösung versetzte Flüssigkeit wird im Kochkolben auf ein durch einen Dreifuſs getragenes Drahtnetz gestellt, welches sich über einem Bunsenbrenner oder einer guten Spirituslampe befindet, aufgekocht und 2 Minuten im Sieden erhalten. Die Zeit des Siedens darf nicht abgekürzt werden.

Hierauf entfernt man den Brenner oder die Lampe, wartet einige Minuten, bis ein in der Flüssigkeit entstandener Niederschlag sich abgesetzt hat, hält den Kolben gegen das Licht und beobachtet, ob die Flüssigkeit noch blau gefärbt ist. Ist noch Kupfer in Lösung vorhanden, was durch die blaue Farbe angezeigt wird, so enthält die Lösung weniger als 2 vom Hundert Invertzucker, anderenfalls sind 2 oder mehr vom Hundert dieses Zuckers vorhanden.

Die Färbung erkennt man deutlicher, wenn man ein Blatt weiſses Schreibpapier hinter den Kolben hält und so beobachtet, daſs das Licht durch die Flüssigkeit hindurch auf das Blatt Papier fällt.

Sollte die Flüssigkeit nach dem Kochen gelbgrün oder bräunlich erscheinen, so liegt die Möglichkeit vor, daſs noch unzersetzte Kupferlösung vorhanden ist und deren blaue Farbe nur durch die gelbbraune Farbe des Ablaufs verdeckt wird. In solchen Fällen ist wie folgt zu verfahren:

Man fertigt aus gutem, dickem Filtrierpapier ein kleines Filter, feuchtet es mit etwas Wasser an und setzt es in einen Glastrichter ein, wobei es am Rande des Trichters gut festgedrückt wird. Der letztere wird auf ein Reagenzgläschen gesetzt. Hierauf filtriert man etwa 10 ccm der Flüssigkeit durch das Filter und setzt dem Filtrat ungefähr die gleiche Menge Essigsäure und einen oder zwei Tropfen einer wässrigen Lösung von gelbem Blutlaugensalz zu. Entsteht hierbei eine stark rote Färbung des Filtrates, so ist noch Kupfer in Lösung und somit erwiesen, daſs der Zuckerablauf weniger als 2 vom Hundert Invertzucker enthält.

2. Bestimmung des Quotienten.

Als Quotient im Sinne der Vorschrift im § 1 der Ausführungsbestimmungen gilt diejenige Zahl, welche durch Teilung des hundertfachen Betrages der Polarisationsgrade des Ablaufs durch die Prozente Brix berechnet wird.

a) Ermittelung der Prozente Brix.

Man wägt in einem reinen Becherglase von etwa $^1/_2$ l Rauminhalt zusammen mit einem hinlänglich langen Glasstabe 200—300 g des Ablaufs auf 1 g genau ab. Nachdem man das Glas von der Wage heruntergenommen hat, fügt man etwa 150 ccm heifses destilliertes Wasser hinzu, rührt mit dem stets im Glase verbleibenden Stabe so lange vorsichtig (um das Glas nicht zu zerstofsen) um, bis der Ablauf im Wasser sich vollständig gelöst hat, stellt das Glas in kaltes Wasser und beläfst es daselbst, bis der Inhalt ungefähr die Zimmerwärme angenommen hat. Hierauf trocknet man das Glas sorgfältig ab, stellt es wieder auf die Wage, setzt auf die andere Schale zu den vorhandenen weitere Gewichtsstücke, welche dem Gewichte des Ablaufs entsprechen, und läfst in das Glas so lange destilliertes Wasser von Zimmerwärme, zuletzt vorsichtig und tropfenweise einlaufen, bis die Wage abermals einspielt.

Nachdem die zweite Wägung beendet ist, rührt man die Flüssigkeit mit dem inzwischen im Glase verbliebenen Glasstabe so lange gehörig um, bis sich auch nicht die geringste Schlierenbildung mehr zeigt. Der ursprüngliche Ablauf ist dann auf die Hälfte seines Gehaltes an Zucker verdünnt.

Zum Zwecke der Spindelung wird ein Teil der so vorbereiteten Flüssigkeit in einen Glaszylinder hineingegeben. Die Spindelung selbst erfolgt mittelst der Brix'schen Spindel nach den für die Spindelung von Branntwein, Mineralöl, Wein usw. bestehenden Regeln (siehe z. B. Alkoholermittelungsordnung, Zentralblatt für das Deutsche Reich 1900, S. 377*). Zu beachten ist, dafs die Prozente auf Fünftelprozente, die Wärmegrade auf ganze Grade abzulesen sind.

Da die abgelesenen Wärmegrade nicht immer mit der Normaltemperatur (20° C.) übereinstimmen, sind die abgelesenen Prozente nur scheinbare. Zu ihrer Umrechnung auf berichtigte Prozente Brix dient die auf S. 76—83 abgedruckte Tabelle II. Sie enthält in der ersten, mit „Wärmegrade" überschriebenen Zeile die Temperaturen von 10 bis 29°, in der ersten, mit „Abgelesene Prozente" überschriebenen Spalte die scheinbaren abgelesenen Prozente. Die folgenden Spalten geben die berichtigten Prozente. Man sucht die der abgelesenen Temperatur entsprechende Spalte und geht in dieser bis zu derjenigen Zeile, an deren Anfang, in deren ersten Spalte, die abgelesenen Prozente stehen. Die Zahl, auf die man trifft, gibt die berichtigten Prozente der verdünnten Lösung. Beträgt z. B. die abgelesene Temperatur 22 und die abgelesene Prozentangabe 38,6, so findet man für die berichtigten Prozente 38,7.

Die so ermittelten berichtigten Prozente sind mit 2 zu vervielfältigen, um die berichtigten Prozente der unverdünnten Lösung zu erhalten.

b) Polarisation.

Bei der Polarisation der Zuckerabläufe ist nach Anlage C zu verfahren. Jedoch geschieht das Abwägen und Entfärben in nachfolgend angegebener Weise.

Zur Untersuchung wird nur das halbe Normalgewicht — 13,0 g — des Zuckerablaufs verwendet. Man wägt diese Menge in einer Messing- oder Porzellanschale ab, fügt 40—50 ccm lauwarmes destilliertes Wasser hinzu und rührt mit einem Glasstabe so lange um, bis der Ablauf im Wasser sich vollständig gelöst hat. Hierauf wird die Flüssigkeit in einen Meſskolben von 100 ccm Raumgehalt gefüllt und der an der Schale und dem Glasstabe noch haftende Rest mit etwa 10—20 ccm Wasser in den Kolben nachgespült. Darauf folgt die Klärung.

Man läſst zunächst etwa 5 ccm Bleiessig in den Kolben einflieſsen und mischt durch vorsichtiges Umschwenken. Ist die Flüssigkeit, nachdem der entstehende Niederschlag sich abgesetzt hat — was meist in wenigen Minuten geschieht —, noch zu dunkel, so fährt man mit dem Zusatze von Bleiessig fort, bis die genügende Helligkeit erreicht ist. Oft sind bis zu 12 ccm Bleiessig zur Klärung erforderlich. Dabei ist jedoch zu beachten, daſs Bleiessig zwar genügend, aber nicht in zu groſsen Mengen zugesetzt werden darf; jeder neu hinzugesetzte Tropfen Bleiessig muss noch einen Niederschlag in der Flüssigkeit hervorbringen.

Gelingt es nicht, die Flüssigkeit durch den Zusatz von Bleiessig so weit zu klären, daſs die Polarisation im 200 mm-Rohre ausgeführt werden kann, so ist zu versuchen, ob dies im 100 mm-Rohre möglich ist. Gelingt auch dies nicht, so muſs eine neue Lösung hergestellt und diese vor dem Bleiessigzusatze mit etwa 10 ccm Alaunlösung versetzt werden; diese Lösungen geben mit Bleiessig starke Niederschläge, welche klärend wirken, und gestatten die Anwendung groſser Mengen Bleiessig.

Die zur Klärung hinzugefügten Flüssigkeiten dürfen zusammen nicht so viel betragen, daſs die Lösung im Kolben über die begrenzende Marke steigt. Nach der Klärung wird mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt und gehörig durchgeschüttelt.

Nachdem die Polarisation ausgeführt ist, sind die abgelesenen Polarisationsgrade mit 2 zu vervielfältigen, weil nur das halbe Normalgewicht des Ablaufes zur Untersuchung verwendet worden ist. Hat man statt eines 200 mm-Rohres nur ein 100 mm-Rohr angewendet, so sind die abgelesenen Grade mit 4 zu vervielfältigen.

c) Berechnung des Quotienten.

Bezeichnet man die ermittelten berichtigten Prozente Brix der unverdünnten Lösung mit B und die ermittelten Polarisationsgrade mit

P, so berechnet sich der Quotient Q nach der Formel $Q = \frac{100\,P}{B}$. Bei der Angabe des Endergebnisses sind die Bruchteile auf volle Zehntel abzurunden, und zwar, wenn die zweite Stelle nach dem Komma weniger als 5 beträgt, nach unten, anderenfalls nach oben.

d) Beispiel für die Feststellung des Quotienten.

223 g eines Zuckerablaufs sind mit 223 g Wasser verdünnt worden. Die Brix'sche Spindel zeigt 35,2 Prozent bei 21° C.; nach der Tabelle II ist die berichtigte Prozentangabe 35,3, dieses mit 2 vervielfältigt, gibt 70,6. Die Polarisation des halben Normalgewichtes im 200 mm-Rohre sei 25,2°; daher beträgt die wirkliche Polarisation 25,2 . 2 = 50,4°. Der Quotient berechnet sich hiernach auf $\frac{100 \,.\, 50{,}4}{70{,}6} = 71{,}39$ oder abgerundet 71,4.

Schlufsbestimmung.

Über die Untersuchung ist eine Befundsbescheinigung auszustellen, welche aufser einer genauen Bezeichnung der Probe folgende Angaben zu enthalten hat: das Ergebnis der Prüfung auf Invertzuckergehalt, die abgelesenen Prozente Brix der verdünnten Lösung, die Temperatur der Lösung, die berichtigten Prozente Brix nach der Vervielfältigung mit 2, das Ergebnis der Polarisation für das ganze Normalgewicht (also die abgelesenen Polarisationsgrade vervielfältigt mit 2 oder — bei Anwendung eines 100 mm-Rohres — mit 4) und den Quotienten.

Anlage B.

Anleitung für die Chemiker

zur Feststellung des Quotienten der Zuckerabläufe und zur Ermittelung des Raffinosegehaltes.

I. Allgemeine Vorschriften.

Die Vorschriften unter I Ziffer 2 und 3 der Anlage A finden auch auf diese Feststellung Anwendung mit der Mafsgabe, dafs auch nicht geeichte, jedoch eichfähige Geräte Verwendung finden dürfen, sofern sie einer genauen Prüfung durch den untersuchenden Chemiker unterzogen sind; hierüber ist bei der Mitteilung des Ergebnisses ein entsprechender Vermerk zu machen. Auf die Spindeln und Gewichte bezieht sich diese Ausnahme nicht.

In allen Fällen, in denen eine chemische Ermittelung des Gesamtzuckergehaltes stattfindet, ist bei der Berechnung des Quotienten an die Stelle der Polarisationsgrade der Gesamtzuckergehalt als Rohrzucker berechnet zu setzen.

Nach den Ausführungsbestimmungen soll die Feststellung des Quotienten eines Zuckerablaufs einem Chemiker übertragen werden, wenn

a) bei der Abfertigungsstelle oder dem Amte, an welches die Probe versendet ist, zur Ermittelung des Quotienten geeignete Beamte nicht vorhanden sind,
b) der Zuckerablauf 2 oder mehr vom Hundert Invertzucker enthält,
c) der Anmelder die Berechnung des Quotienten nach dem chemisch ermittelten reinen Zuckergehalte beantragt hat.

Den Chemikern wird bei der Übersendung der Proben von der Amtsstelle jedesmal mitgeteilt werden, aus welchem der angegebenen Gründe die Untersuchung erfolgen soll und ob die Anwendung der Raffinoseformel gemäfs § 2 Abs. 5 der Ausführungsbestimmungen zulässig ist.

In den unter a und b bezeichneten Fällen haben die Chemiker zunächst nach den Vorschriften der Anlage A zu verfahren, jedoch sind die Prozente Brix durch Ermittelung der Dichte des unverdünnten Ablaufs bei 20 ° C. mittelst des Pyknometers zu berechnen. Die Berechnung darf nur auf Grund der nachstehenden Tabelle IX geschehen. Ergibt diese vorläufige Untersuchung einen Quotienten, der kleiner ist als 70, und einen Invertzuckergehalt von 2 und mehr vom Hundert, so tritt die chemische Untersuchung nach den Vorschriften des nachstehenden Abschnitts 1 ein.

Die gleichen Vorschriften gelten im Falle unter c, sobald es sich nicht um Berücksichtigung des Raffinosegehaltes handelt. Ist dagegen auch die Berücksichtigung des Raffinosegehaltes vom Anmelder verlangt, so ist bei einem 2 vom Hundert nicht erreichenden Gehalt an Invertzucker nach den Vorschriften des nachfolgenden Abschnitts 2a zu verfahren. Enthält der Ablauf 2 oder mehr vom Hundert Invertzucker und ist bei der Übersendung der Proben von der Amtsstelle mitgeteilt, dafs die Anwendung der Raffinoseformel zulässig ist, so ist nach Abschnitt 2b zu verfahren. Die Untersuchung auf den Gehalt an Invertzucker geschieht in beiden Fällen nach der unter II 1 der Anlage gegebenen Vorschrift.

Tabelle IX.

Zur Ermittelung der Prozente Brix aus der Dichte bei 20° C.

Prozente Brix	Zehntel-Prozente									
	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
	Dichte bei 20° C. für die nebenstehenden ganzen Prozente und obenstehenden Zehntel-Prozente Brix.									
0	0,9982	0,9986	0,9990	0,9994	0,9998	1,0002	1,0006	1,0010	1,0013	1,0017
1	1,0021	1,0025	1,0029	1,0033	1,0037	1,0041	1,0045	1,0048	1,0052	1,0056
2	1,0060	1,0064	1,0068	1,0072	1,0076	1,0080	1,0084	1,0088	1,0091	1,0095
3	1,0099	1,0103	1,0107	1,0111	1,0115	1,0119	1,0123	1,0127	1,0131	1,0135
4	1,0139	1,0143	1,0147	1,0151	1,0155	1,0159	1,0163	1,0167	1,0171	1,0175

Prozente Brix	Zehntel-Prozente									
	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
	Dichte bei 20° C. für die nebenstehenden ganzen Prozente und obenstehenden Zehntel-Prozente Brix.									
5	1,0179	1,0183	1,0187	1,0191	1,0195	1,0199	1,0203	1,0207	1,0211	1,0215
6	1,0219	1,0223	1,0227	1,0231	1,0235	1,0239	1,0243	1,0247	1,0251	1,0255
7	1,0259	1,0263	1,0267	1,0271	1,0275	1,0279	1,0283	1,0287	1,0291	1,0295
8	1,0299	1,0303	1,0308	1,0312	1,0316	1,0320	1,0324	1,0328	1,0332	1,0336
9	1,0340	1,0344	1,0349	1,0353	1,0357	1,0361	1,0365	1,0369	1,0373	1,0377
10	1,0381	1,0386	1,0390	1,0394	1,0398	1,0402	1,0406	1,0410	1,0415	1,0419
11	1,0423	1,0427	1,0431	1,0435	1,0440	1,0444	1,0448	1,0452	1,0456	1,0460
12	1,0465	1,0469	1,0473	1,0477	1,0481	1,0486	1,0490	1,0494	1,0498	1,0502
13	1,0507	1,0511	1,0515	1,0519	1,0524	1,0528	1,0532	1,0536	1,0541	1,0545
14	1,0549	1,0553	1,0558	1,0562	1,0566	1,0570	1,0575	1,0579	1,0583	1,0587
15	1,0592	1,0596	1,0600	1,0605	1,0609	1,0613	1,0617	1,0622	1,0626	1,0630
16	1,0635	1,0639	1,0643	1,0648	1,0652	1,0656	1,0661	1,0665	1,0669	1,0674
17	1,0678	1,0682	1,0687	1,0691	1,0695	1,0700	1,0704	1,0708	1,0713	1,0717
18	1,0721	1,0726	1,0730	1,0735	1,0739	1,0743	1,0748	1,0752	1,0757	1,0761
19	1,0765	1,0770	1,0774	1,0779	1,0783	1,0787	1,0792	1,0796	1,0801	1,0805
20	1,0810	1,0814	1,0818	1,0823	1,0827	1,0832	1,0836	1,0841	1,0845	1,0850
21	1,0854	1,0859	1,0863	1,0868	1,0872	1,0877	1,0881	1,0886	1,0890	1,0895
22	1,0899	1,0904	1,0908	1,0913	1,0917	1,0922	1,0926	1,0931	1,0935	1,0940
23	1,0944	1,0949	1,0953	1,0958	1,0962	1,0967	1,0971	1,0976	1,0981	1,0985
24	1,0990	1,0994	1,0999	1,1003	1,1008	1,1013	1,1017	1,1022	1,1026	1,1031
25	1,1036	1,1040	1,1045	1,1049	1,1054	1,1059	1,1063	1,1068	1,1072	1,1077
26	1,1082	1,1086	1,1091	1,1096	1,1100	1,1105	1,1110	1,1114	1,1119	1,1124
27	1,1128	1,1133	1,1138	1,1142	1,1147	1,1152	1,1156	1,1161	1,1166	1,1170
28	1,1175	1,1180	1,1185	1,1189	1,1194	1,1199	1,1203	1,1208	1,1213	1,1218
29	1,1222	1,1227	1,1232	1,1237	1,1241	1,1246	1,1251	1,1256	1,1260	1,1265
30	1,1270	1,1275	1,1279	1,1284	1,1289	1,1294	1,1299	1,1303	1,1308	1,1313
31	1,1318	1,1323	1,1327	1,1332	1,1337	1,1342	1,1347	1,1351	1,1356	1,1361
32	1,1366	1,1371	1,1376	1,1380	1,1385	1,1390	1,1395	1,1400	1,1405	1,1410
33	1,1415	1,1419	1,1424	1,1429	1,1434	1,1439	1,1444	1,1449	1,1454	1,1459
34	1,1463	1,1468	1,1473	1,1478	1,1483	1,1488	1,1493	1,1498	1,1503	1,1508
35	1,1513	1,1518	1,1523	1,1528	1,1533	1,1538	1,1542	1,1547	1,1552	1,1557
36	1,1562	1,1567	1,1572	1,1577	1,1582	1,1587	1,1592	1,1597	1,1602	1,1607
37	1,1612	1,1617	1,1622	1,1627	1,1632	1,1637	1,1642	1,1647	1,1653	1,1658
38	1,1663	1,1668	1,1673	1,1678	1,1683	1,1688	1,1693	1,1698	1,1703	1,1708
39	1,1713	1,1718	1,1724	1,1729	1,1734	1,1739	1,1744	1,1749	1,1754	1,1759
40	1,1764	1,1770	1,1775	1,1780	1,1785	1,1790	1,1795	1,1800	1,1806	1,1811
41	1,1816	1,1821	1,1826	1,1831	1,1837	1,1842	1,1847	1,1852	1,1857	1,1863
42	1,1868	1,1873	1,1878	1,1883	1,1888	1,1894	1,1899	1,1904	1,1909	1,1915
43	1,1920	1,1925	1,1931	1,1936	1,1941	1,1946	1,1951	1,1957	1,1962	1,1967
44	1,1972	1,1978	1,1983	1,1988	1,1994	1,1999	1,2004	1,2010	1,2015	1,2020

Prozente Brix	Zehntel-Prozente ,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
	Dichte bei 20° C. für die nebenstehenden ganzen Prozente und obenstehenden Zehntel-Prozente Brix.									
45	1,2025	1,2031	1,2036	1,2041	1,2047	1,2052	1,2057	1,2063	1,2068	1,2073
46	1,2079	1,2084	1,2089	1,2095	1,2100	1,2105	1,2111	1,2116	1,2122	1,2127
47	1,2132	1,2138	1,2143	1,2149	1,2154	1,2159	1,2165	1,2170	1,2176	1,2181
48	1,2186	1,2192	1,2197	1,2203	1,2208	1,2214	1,2219	1,2224	1,2230	1,2235
49	1,2241	1,2246	1,2252	1,2257	1,2263	1,2268	1,2274	1,2279	1,2285	1,2290
50	1,2296	1,2301	1,2307	1,2312	1,2318	1,2323	1,2329	1,2334	1,2340	1,2345
51	1,2351	1,2356	1,2362	1,2367	1,2373	1,2379	1,2384	1,2390	1,2395	1,2401
52	1,2406	1,2412	1,2418	1,2423	1,2429	1,2434	1,2440	1,2446	1,2451	1,2457
53	1,2462	1,2468	1,2474	1,2479	1,2485	1,2490	1,2496	1,2502	1,2507	1,2513
54	1,2519	1,2524	1,2530	1,2536	1,2541	1,2547	1,2553	1,2558	1,2564	1,2570
55	1,2575	1,2581	1,2587	1,2592	1,2598	1,2604	1,2610	1,2615	1,2621	1.2627
56	1,2632	1,2638	1,2644	1,2650	1,2655	1,2661	1,2667	1,2673	1,2678	1,2684
57	1,2690	1,2696	1,2701	1,2707	1,2713	1,2719	1,2725	1,2730	1,2736	1,2742
58	1,2748	1,2754	1,2759	1,2765	1,2771	1,2777	1,2783	1,2788	1,2794	1,2800
59	1,2806	1,2812	1,2818	1,2824	1,2830	1,2835	1,2841	1,2847	1,2853	1,2859
60	1,2865	1,2870	1,2876	1,2882	1,2888	1,2894	1,2900	1,2906	1,2912	1,2918
61	1,2924	1,2929	1,2935	1,2941	1,2947	1,2953	1,2959	1,2965	1,2971	1,2977
62	1,2983	1,2989	1,2995	1,3001	1,3007	1,3013	1,3019	1,3025	1,3031	1,3037
63	1,3043	1,3049	1,3055	1,3061	1,3067	1,3073	1,3079	1,3085	1,3091	1,3097
64	1,3103	1,3109	1,3115	1,3121	1,3127	1,3133	1,3139	1,3145	1,3151	1,3157
65	1,3163	1,3169	1,3175	1,3182	1,3188	1,3194	1,3200	1,3206	1,3212	1,3218
66	1,3224	1,3230	1,3236	1,3243	1,3249	1,3255	1,3261	1,3267	1,3273	1,3279
67	1,3286	1,3292	1,3298	1,3304	1,3310	1,3316	1,3323	1,3329	1,3335	1,3341
68	1,3347	1,3353	1,3360	1,3366	1,3372	1,3378	1,3384	1,3391	1,3397	1,3403
69	1,3409	1,3416	1,3422	1,3428	1,3434	1,3440	1,3447	1,3453	1,3459	1,3465
70	1,3472	1,3478	1,3484	1,3491	1,3497	1,3503	1,3509	1,3516	1,3522	1,3528
71	1,3535	1,3541	1,3547	1,3553	1,3560	1,3566	1,3572	1,3579	1,3585	1,3591
72	1,3598	1,3604	1,3610	1,3617	1,3623	1,3630	1,3636	1,3642	1,3649	1,3655
73	1,3661	1,3668	1,3674	1,3681	1,3687	1,3693	1,3700	1,3706	1,3713	1,3719
74	1,3725	1,3732	1,3738	1,3745	1,3751	1,3757	1,3764	1,3770	1,3777	1,3783
75	1,3790	1,3796	1,3803	1,3809	1,3816	1,3822	1,3829	1,3835	1,3841	1,3848
76	1,3854	1,3861	1,3867	1,3874	1,3880	1,3887	1,3893	1,3900	1,3907	1,3913
77	1,3920	1,3926	1,3933	1,3939	1,3946	1,3952	1,3959	1,3965	1,3972	1,3978
78	1,3985	1,3992	1,3998	1,4005	1,4011	1,4018	1,4025	1,4031	1,4038	1,4044
79	1,4051	1,4058	1,4064	1,4071	1,4077	1,4084	1,4091	1,4097	1,4104	1,4111
80	1,4117	1,4124	1,4130	1,4137	1,4144	1,4150	1,4157	1,4164	1,4170	1,4177
81	1,4184	1,4190	1,4197	1,4204	1,4210	1,4217	1,4224	1,4231	1,4237	1,4244
82	1,4251	1,4257	1,4264	1,4271	1,4278	1,4284	1,4291	1,4298	1,4305	1,4311
83	1,4318	1,4325	1,4332	1,4338	1,4345	1,4352	1,4359	1,4365	1,4372	1,4379
84	1,4386	1,4393	1,4399	1,4406	1,4413	1,4420	1,4427	1,4433	1,4440	1,4447

Prozente Brix	Zehntel-Prozente									
	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
	Dichte bei 20° C. für die nebenstehenden ganzen Prozentc und obenstehenden Zehntel-Prozente Brix.									
85	1,4454	1,4461	1,4468	1,4474	1,4481	1,4488	1,4495	1,4502	1,4509	1,4515
86	1,4522	1,4529	1,4536	1,4543	1,4550	1,4557	1,4564	1,4570	1,4577	1,4584
87	1,4591	1,4598	1,4605	1,4612	1,4619	1,4626	1,4633	1,4640	1,4646	1,4653
88	1,4660	1,4667	1,4674	1,4681	1,4688	1,4695	1,4702	1,4709	1,4716	1,4723
89	1,4730	1,4737	1,4744	1,4751	1,4758	1,4765	1,4772	1,4779	1,4786	1,4793
90	1,4800	1,4807	1,4814	1,4821	1,4828	1,4835	1,4842	1,4849	1,4856	1,4863
91	1,4870	1,4877	1,4884	1,4891	1,4898	1,4905	1,4912	1,4919	1,4926	1,4934
92	1,4941	1,4948	1,4955	1,4962	1,4969	1,4976	1,4983	1,4990	1,4997	1,5004
93	1,5012	1,5019	1,5026	1,5033	1,5040	1,5047	1,5054	1,5061	1,5069	1,5076
94	1,5083	1,5090	1,5097	1,5104	1,5112	1,5119	1,5126	1,5133	1,5140	1,5147
95	1,5155	1,5162	1,5169	1,5176	1,5183	1,5191	1,5198	1,5205	1,5212	1,5219
96	1,5227	1,5234	1,5241	1,5248	1,5255	1,5263	1,5270	1,5277	1,5285	1,5292
97	1,5299	1,5306	1,5313	1,5321	1,5328	1,5335	1,5342	1,5350	1,5357	1,5364
98	1,5372	1,5379	1,5386	1,5393	1,5401	1,5408	1,5415	1,5423	1,5430	1,5437
99	1,5445	1,5452	1,5459	1,5467	1,5474	1,5481	1,5489	1,5496	1,5503	1,5511
100	1,5518	—	—	—	—	—	—	—	—	—

1. Feststellung des Quotienten ohne Rücksicht auf Raffinosegehalt.

Die folgende Vorschrift gilt in allen Fällen, unbeschadet ob Stärkezucker vorhanden ist oder nicht.

Man wägt das halbe Normalgewicht (13 g) vom Ablauf ab, löst es in einem Meſskolben von 100 ccm Raumgehalt in 75 ccm Wasser, setzt 5 ccm Salzsäure vom spez. Gewicht 1,19 zu und erwärmt auf 67—70° C. im Wasserbade. Auf dieser Temperatur wird der Kolbeninhalt noch 5 Minuten unter häufigem Umschütteln gehalten. Da das Anwärmen $2^1/_2$ bis 5 Minuten dauern kann, wird die Arbeit im ganzen $7^1/_2$ bis 10 Minuten in Anspruch nehmen; in jedem Falle soll sie in 10 Minuten beendet sein. Man füllt nach dem Erkalten zur Marke auf, verdünnt darauf 50 ccm von den 100 ccm zum Liter, nimmt davon 25 ccm (entsprechend 0,1625 des Ablaufs) in einen Erlenmeyer'schen Kolben und setzt, um die vorhandene freie Säure abzustumpfen, 25 ccm einer Lösung von kohlensaurem Natrium zu, welche durch Lösen von 1,7 g wasserfreiem Salze zum Liter bereitet ist. Darauf versetzt man mit 50 ccm Fehling'scher Lösung (Anlage A, II 1), erhitzt in derselben Weise wie bei einer Invertzuckerbestimmung zum Sieden und hält die Flüssigkeit genau 2 Minuten im Kochen. Das Anwärmen der Flüssigkeit soll möglichst rasch mittelst eines guten Drei-

brenners geschehen und unter Benutzung eines Drahtnetzes mit übergelegter ausgeschnittener Asbestpappe $3^1/_2$—4 Minuten in Anspruch nehmen; sobald die Flüssigkeit kräftig siedet, wird der Dreibrenner mit dem Einbrenner vertauscht. Nach dem Erhitzen verdünnt man die Flüssigkeit in dem Kolben mit der gleichen Raummenge luftfreien kalten Wassers und verfährt im übrigen genau nach dem für Invertzuckerbestimmung bekannten Verfahren der Gewichtsanalyse mittelst Reduktion des Kupferoxydules im Wasserstoffstrom oder Ausfällung des Kupfers aus der salpetersauren Lösung des Kupferoxydules auf elektrolytischem Wege. Zur Berechnung des Ergebnisses aus der gefundenen Kupfermenge ist ausschliefslich die nachfolgende Tabelle zu benutzen, welche den Rohzuckergehalt unmittelbar in Prozenten angibt. Die Umrechnung des Invertzuckers in Rohrzucker ist demnach nicht erforderlich.

(Siehe Tabelle X, S. 179.)

Bei der Berechnung des Quotienten sind im Endergebnisse die Bruchteile auf Zehntel abzurunden, und zwar, wenn die zweite Stelle nach dem Komma weniger als 5 beträgt, nach unten, anderenfalls nach oben.

Beispiel. 25 ccm des invertierten Zuckerablaufs, enthaltend 0,1625 g des Ablaufs, geben bei der Reduktion 171 mg Kupfer; diese entsprechen 52,80 Prozent Zucker. Angenommen, der Ablauf zeige 74,6 Prozent Brix, so ist sein Quotient 70,77 oder abgerundet 70,8.

2. Feststellung des Quotienten der Zuckerabläufe mit Rücksicht auf Raffinosegehalt.

a) Besteht Sicherheit darüber, dafs der Gehalt an Invertzucker 2 vom Hundert nicht erreicht, so bedarf es aufser der Feststellung der Prozente Brix nur der Bestimmung der Polarisation nach Anlage A und C vor und nach der Inversion, bezogen auf das ganze Normalgewicht. Die Inversion ist nach dem unter 1 beschriebenen Verfahren auszuführen. Bezeichnen P und J die Polarisationsgrade, so ist der Gehalt an Zucker:

$$Z = \frac{0{,}5124 \, . \, P - J}{0{,}839}.$$

Will man aufserdem den Gehalt an Raffinosehydrat ermitteln, so dient dazu die Formel:

$$R = \frac{P - Z}{1{,}572}.$$

Beispiel. Für einen Ablauf von 56,2 Prozent Brix, 56,6° direkter Polarisation und —13,1° Polarisation nach der Inversion (bezogen auf das ganze Normalgewicht) berechnet sich der Zuckergehalt auf

$$Z = \frac{0{,}5124 \, . \, 56{,}6 - (-13{,}1)}{0{,}839} = 50{,}18$$

Tabelle X.

Zur Berechnung des Rohrzuckergehaltes aus der gefundenen Kupfermenge bei 2 Minuten Kochdauer und 0,1625 g Ablauf.

Kupfer mg	Rohrzucker %	Kupfer mg	Rohrzucker %	Kupfer mg	Rohrzucker %	Kupfer mg	Rohrzucker %	Kupfer mg	Rohrzucker %
79	23,57	117	35,75	155	47,69	193	59,82	230	72,00
80	23,88	118	36,06	156	48,00	194	60,18	231	72,37
81	24,12	119	36,43	157	48,37	195	60,43	232	72,68
82	24,43	120	36,74	158	48,62	196	60,80	233	73,05
83	24,74	121	36,98	159	48,98	197	61,17	234	73,35
84	25,05	122	37,35	160	49,29	198	61,42	235	73,66
85	25,35	123	37,66	161	49,60	199	61,78	236	74,03
86	25,66	124	37,97	162	49,91	200	62,15	237	74,34
87	25,97	125	38,28	163	50,22	201	62,46	238	74,71
88	26,28	126	38,58	164	50,58	202	62,77	239	75,02
89	26,52	127	38,89	165	50,83	203	63,08	240	75,38
90	27,45	128	39,20	166	51,20	204	63,45	241	75,69
91	27,69	129	39,51	167	51,51	205	63,75	242	76,00
92	28,00	130	39,82	168	51,82	206	64,06	243	76,37
93	28,31	131	40,18	169	52,12	207	64,43	244	76,68
94	28,62	132	40,43	170	52,43	208	64,80	245	77,05
95	28,92	133	40,74	171	52,80	209	65,05	246	77,35
96	29,23	134	41,11	172	53,11	210	65,42	247	77,72
97	29,54	135	41,42	173	53,42	211	65,78	248	78,03
98	29,85	136	41,66	174	53,72	212	66,03	249	78,40
99	30,15	137	42,03	175	54,03	213	66,40	250	78,71
100	30,46	138	42,34	176	54,34	214	66,77	251	79,02
101	30,83	139	42,65	177	54,65	215	67,08	252	79,38
102	31,08	140	42,95	178	55,01	216	67,38	253	79,69
103	31,38	141	43,26	179	55,32	217	67,69	254	80,06
104	31,75	142	43,57	180	55,63	218	68,06	255	80,37
105	32,06	143	43,88	181	55,94	219	68,37	256	80,74
106	32,31	144	44,18	182	56,25	220	68,68	257	81,05
107	32,68	145	44,49	183	56,62	221	69,05	258	81,35
108	33,05	146	44,86	184	56,86	222	69,42	259	81,72
109	33,29	147	45,11	185	57,17	223	69,66	260	82,09
110	33,60	148	45,48	186	57,54	224	70,03	261	82,40
111	33,91	149	45,78	187	57,85	225	70,40	262	82,71
112	34,22	150	46,15	188	58,15	226	70,71	263	83,08
113	34,58	151	46,40	189	58,52	227	71,06	264	83,45
114	34,83	152	46,77	190	58,83	228	71,38	265	83,69
115	35,14	153	47,08	191	59,14	229	71,69	266	84,06
116	35,51	154	47,32	192	59,45				

oder abgerundet 50,2 Prozent, der Gehalt an Raffinosehydrat auf

$$R = \frac{56,6 - 50,2}{1,572} = 4,07$$

oder abgerundet 4,1 Prozent, der Quotient auf

$$Q = \frac{100 \cdot 50}{56,2} = 89,32$$

oder abgerundet 89,3 Prozent.

b) Bei einem Gehalte von 2 vom Hundert Invertzucker und darüber mufs statt der direkten Polarisation (P) des vorigen Verfahrens die Bestimmung des Gesamtzuckers in dem invertierten Ablauf mittelst Fehling-scher Lösung treten.

Nachdem die Prozente Brix ermittelt worden sind, bestimmt man den Gehalt des Ablaufs an Zucker (Z), indem man die durch den invertierten Ablauf aus Fehling'scher Lösung abgeschiedene Menge Kupfer (Cu) nach den Vorschriften des Abschnittes 1 und der Inversionspolarisation (J) — bezogen auf das ganze Normalgewicht — feststellt.

Der Berechnung ist die folgende Formel zugrunde zu legen:

$$Z = \frac{582,98 \cdot Cu - J \cdot F_2}{0,9491 \cdot F_1 + 0,3266 F_2},$$

in welcher F_1 und F_2 die Reduktionsfaktoren einerseits des invertierten Rohrzuckers, andererseits der invertierten Raffinose bedeuten. Nachstehend sind diese Werte unter der Voraussetzung, dafs nur Zucker, Invertzucker und Raffinose vorhanden sind, für die hauptsächlich in Betracht kommenden Kupfermengen von 0,120 bis 0,230 g berechnet und ist die Formel durch Einsetzung der berechneten Werte vereinfacht worden.

Für $Cu =$	ist $Z =$
120 mg	$247,0 \cdot Cu - 0,608 \cdot J$
130 „	$247,4 \cdot Cu - 0,607 \cdot J$
140 „	$247,7 \cdot Cu - 0,606 \cdot J$
150 „	$248,1 \cdot Cu - 0,605 \cdot J$
160 „	$248,4 \cdot Cu - 0,604 \cdot J$
170 „	$248,7 \cdot Cu - 0,604 \cdot J$
180 „	$249,2 \cdot Cu - 0.604 \cdot J$
190 „	$249,7 \cdot Cu - 0,604 \cdot J$
200 „	$250,0 \cdot Cu - 0,604 \cdot J$
210 „	$250,4 \cdot Cu - 0,605 \cdot J$
220 „	$251,2 \cdot Cu - 0,606 \cdot J$
230 „	$251,7 \cdot Cu - 0,607 \cdot J.$

Da die Reduktionsfaktoren sich nur sehr langsam ändern, so genügt die vorstehende Berechnung von 0,01 zu 0,01 g Kupfer. Milligramme Kupfer rundet man beim Aufsuchen des entsprechenden Wertes in der

Tabelle X auf Zentigramme ab, und zwar unterhalb 5 nach unten, anderenfalls nach oben.

Den Gehalt an Raffinosehydrat findet man nach der Formel

$$R = (1{,}054 \,.\, J + 0{,}344 \,.\, Z) \,.\, 1{,}178.$$

Beispiel. Der Ablauf habe eine Inversionspolarisation $J = -8{,}5^{0}$ und eine Menge Kupfer — nach der Inversion und bezogen auf 0,1625 g — $Cu = 0{,}184$ g ergeben. Dann ist aus der Tabelle X für $Cu = 180$ mg der Wert

$$Z = 249{,}2 \,.\, Cu - 0{,}604 \,.\, J \text{ oder}$$
$$Z = 249{,}2 \,.\, 0{,}184 - 0{,}604 \,.\, (-8{,}5),$$
$$Z = 50{,}98\,\% \text{ oder abgerundet } 51{,}0\,\%.$$

Daraus berechnet sich nach obiger Raffinoseformel der Gehalt an Raffinosehydrat

$$R = (1{,}054 \,.\, (-8{,}5) + 0{,}344 \,.\, 51{,}0) \,.\, 1{,}178 = 10{,}11\,\%$$

oder abgerundet 10,1 Prozent.

Schlufsbestimmung.

Über jede Untersuchung ist eine Befundsbescheinigung auszustellen und der Amtsstelle, welche die Probe eingesendet hat, zu übermitteln. Die Bescheinigung hat aufser der genauen Bezeichnung der Probe, sowie einem Vermerk über die Art der verwendeten Mefsgeräte zu enthalten:

1. In den eingangs unter a bezeichneten Fällen:
   - *α*) wenn der Invertzuckergehalt 2 vom Hundert nicht erreicht:
     das Ergebnis der Prüfung auf Invertzuckergehalt, die Prozente Brix oder die Dichte bei 20° und die daraus berechneten Prozente Brix, die direkte Polarisation und den berechneten Quotienten;
   - *β*) wenn der Invertzuckergehalt 2 oder mehr vom Hundert beträgt:
     das Ergebnis der Prüfung auf Invertzuckergehalt, die Prozente Brix oder die Dichte bei 20° und die daraus berechneten Prozente Brix, die nach dem Verfahren unter 1 gefundene Kupfermenge und den sich daraus ergebenden Gesamtzuckergehalt, schliefslich den berechneten Quotienten.
2. In den eingangs unter b bezeichneten Fällen:
   wie zu 1*β*.
3. In den eingangs unter c bezeichneten Fällen:
   - *α*) wenn der Invertzuckergehalt 2 vom Hundert nicht erreicht:
     das Ergebnis der Prüfung auf Invertzuckergehalt, die Prozente Brix oder die Dichte bei 20° und die daraus berechneten Prozente Brix, die Polarisation des Ablaufs vor und nach der Inversion — bezogen auf das ganze Normalgewicht —, den

nach dem Verfahren unter 2a ermittelten Gehalt an Zucker, gegebenenfalls den an Raffinosehydrat, schliefslich den berechneten Quotienten;

β) wenn der Invertzuckergehalt 2 oder mehr vom Hundert beträgt: das Ergebnis der Prüfung auf Invertzuckergehalt, die Prozente Brix oder die Dichte bei 20° und die daraus berechneten Prozente Brix, die gefundene Kupfermenge, die Polarisation nach der Inversion — bezogen auf das ganze Normalgewicht —, die nach 2b berechnete Menge Zucker und gegebenenfalls des Raffinosehydrates, schliefslich den berechneten Quotienten.

Anlage C.

Anleitung zur Bestimmung der Polarisation.

I. Polarisationsgeräte.

Zur Bestimmung der Polarisation für Zwecke der Steuerverwaltung darf nur ein Halbschattensaccharimeter benutzt werden. Für dieses entspricht bei Beobachtung im 200 mm-Rohre ein Grad Drehung einem Gehalte von 0,26 g Zucker in 100 ccm Flüssigkeit bei der Normaltemperatur von 20° C. eine Zuckerlösung, welche in 100 ccm 26 g — das sogenannte Normalgewicht — Zucker enthält, bewirkt sonach eine Drehung von 100°. Demgemäfs zeigen, wenn man im 200 mm-Rohre eine Lösung untersucht, welche in 100 ccm 26 g der Probe enthält, die Grade der Skala die Prozente Zucker an. Wendet man nur die Hälfte des Normalgewichtes zur Untersuchung an, so müssen die abgelesenen Grade verdoppelt werden, um Prozente Zucker zu erhalten. Dasselbe gilt für diejenigen Fälle, in denen die Untersuchung einer das ganze Normalgewicht enthaltenden Lösung in einem 100 mm-Rohre erfolgt. Andererseits machen Untersuchungen von Lösungen des doppelten Normalgewichtes im 200 mm-Rohre, sowie von solchen des einfachen Normalgewichtes im 400 mm-Rohre die Halbierung der abgelesenen Grade erforderlich.

Die Untersuchungen sind, namentlich bei Polarisationen nach der Inversion, möglichst bei der vorangegebenen Normaltemperatur vorzunehmen.

II. Abwägen und Auflösen der Probe; Auffüllen zu 100 ccm.

Bei der Polarisation ist wie folgt zu verfahren:

Man stellt auf einer geeigneten Wage zunächst das Gewicht einer Messingschale oder eines zur Aufnahme des zu untersuchenden Zuckers dienenden, zweckmäfsig an den beiden Langseiten umgebogenen Kupferblechs fest und wägt darauf das Normalgewicht 26 g des zu untersuchenden Zuckers ab. Falls die Zuckerprobe nicht gleichmässig gemischt ist, ist es notwendig, sie vor dem Abwägen unter Zerdrücken der etwa vorhandenen Klumpen gut durchzurühren. Die Wägung mufs mit einer

gewissen Schnelligkeit geschehen, weil sonst, besonders in warmen Räumen, die Probe Wasser abgeben kann, wodurch die Polarisation erhöht wird. Man löst die abgewogene Zuckermenge alsdann in der Messingschale auf oder schüttelt sie vom Kupferblech durch einen Trichter in einen Meſskolben von 100 ccm Raumgehalt, spült anhängende Zuckerteilchen mit etwa 80 ccm destilliertem Wasser von Zimmerwärme, welches man einer Spritzflasche entnimmt, nach und bewegt die Flüssigkeit im Kolben unter leisem Schütteln und Zerdrücken gröſserer Klümpchen mit einem Glasstabe so lange, bis der Zucker sich vollständig gelöst hat. Am Glasstabe haftende Zuckerlösung wird beim Entfernen des Stabes mit destilliertem Wasser ins Kölbchen zurückgespült und dieses eine halbe Stunde lang in Wasser von 20° C. gestellt. Hierauf wird die Flüssigkeit im Kolben mittels destillierten Wassers genau bis zu der Marke aufgefüllt. Zu diesem Zwecke hält man den Kolben in senkrechter Stellung gegen das Licht so vor sich, daſs in der Höhe des Auges die Kreislinie der Marke sich als eine gerade Linie darstellt, und setzt tropfenweise destilliertes Wasser zu, bis der untere dunkel erscheinende Rand der gekrümmten Oberfläche der Flüssigkeit im Kolbenhalse in eine Linie mit dem als Marke dienenden Ätzstrich fällt. Nach dem Auffüllen ist der Kolbenhals mit Filtrierpapier zu trocknen und die Flüssigkeit durch Schütteln mindestens 1—2 Minuten lang gut durchzumischen.

III. Klärung.

Zuckerlösungen, welche nach der weiterhin zu erwähnenden Filtrierung nicht klar oder noch so dunkel gefärbt sind, daſs sie im Polarisationsapparate nicht hinlänglich durchsichtig sind, müssen vor dem Auffüllen zur Marke geklärt oder, wenn erforderlich, entfärbt werden.

Die Klärung geschieht in der Regel durch Zusatz von 3—5 ccm eines dünnen Breies von Tonerdehydrat nebst 1—3 ccm Bleiessig. Gelingt die Klärung auf diese Weise nicht, so ist der Bleiessigzusatz vorsichtig zu vermehren, jedoch nur so weit, daſs jeder neu hinzugesetzte Tropfen Bleiessig noch einen Niederschlag hervorruft.

Nach der Klärung wird der innere Teil des Halses des Kölbchens mit destilliertem Wasser mittels einer Spritzflasche abgespült und die Lösung in der oben angegebenen Weise bis zur Marke aufgefüllt. Hierauf wird die im Halse des Kölbchens etwa noch anhaftende Flüssigkeit mit Flieſspapier abgetupft, die Öffnung des Kölbchens durch Andrücken eines Fingers geschlossen und der Inhalt durch wiederholtes Umkehren und Schütteln des Kolbens gut durchgemischt.

Bezüglich der Klärung gelten folgende allgemeine Bemerkungen:

1. Die Flüssigkeit braucht um so weniger entfärbt zu sein, je gröſser die Lichtstärke der Lampe ist, welche zur Beleuchtung des Polarisations-

apparates dient. Man bedient sich einer Glühlichtlampe (Spiritus oder Gas) oder einer Petroleumlampe, im Notfall auch einer gewöhnlichen Gaslampe oder einer elektrischen Lampe, welche zu dem vorliegenden Zwecke zugerichtet ist; doch ist ein chromsäurehaltiges Strahlenfilter zwischen Lichtquelle und Auge einzuschalten.

2. Bleiessig darf nie in allzu grofser Menge zugesetzt werden. Bei einiger Übung lernt man sehr bald erkennen, wann mit dem Bleiessigzusatz aufgehört werden mufs.
3. Die Wirkung des Klärmittels ist um so besser, je kräftiger nach dem Auffüllen zur Marke durchgeschüttelt wird.

IV. Filtrierung.

Man schreitet alsdann zur Filtrierung der Flüssigkeit mittels eines in einen Glastrichter eingesetzten Papierfilters. Der Trichter wird auf einen sogenannten Filtrierzylinder, welcher die Flüssigkeit aufnimmt, gesetzt und, um Verdunstung zu verhüten, mit einer Glasplatte oder einem Uhrglase bedeckt. Trichter und Zylinder müssen ganz trocken sein; ein Feuchtigkeitsgehalt würde eine nachträgliche Verdünnung der Zuckerlösung bewirken.

Zweckmäfsig wird das Filter so grofs hergestellt, dafs man die 100 ccm Flüssigkeit auf einmal aufgeben kann; auch empfiehlt es sich, falls das Papier nicht sehr dick ist, ein doppeltes Filter anzuwenden. Die ersten durchlaufenden Tropfen werden weggegossen, weil sie trübe sind und durch den Feuchtigkeitsgehalt des Filtrierpapiers beeinflufst sein können. Ist das nachfolgende Filtrat trübe, so mufs es auf das Filter zurückgegossen werden, bis die Flüssigkeit klar durchläuft. Es ist dringend notwendig, diese Vorsichtsmafsregel nicht zu versäumen, da nur mit ganz klaren Flüssigkeiten sich sichere polarimetrische Beobachtungen anstellen lassen.

V. Füllung in das Beobachtungsrohr.

Nachdem auf die beschriebene Weise eine klare Lösung erzielt worden ist, wird das Rohr, welches zur polarimetrischen Beobachtung dienen soll, mit dem dazu erforderlichen Teile der im Filtrierzylinder aufgefangenen Flüssigkeit gefüllt.

In der Regel ist ein 200 mm-Rohr zu benutzen; wird dabei eine genügende Klarheit des Bildes im Polarisationsapparate nicht erreicht, so ist die Benutzung eines 100 mm-Rohres vorzuziehen.

Die Beobachtungsrohre sind aus Messing oder Glas gefertigt; ihr Verschlufs an beiden Enden wird durch runde Glasplatten, sogenannte Deckgläschen, bewirkt. Festgehalten werden die Deckgläschen entweder durch aufzusetzende Schraubenkapseln oder durch federnde Kapseln, welche über das Rohr geschoben und von Federn festgehalten werden.

Die Rohre müssen gut gereinigt und getrocknet sein. Die Reinigung geschieht zweckmäfsig durch wiederholtes Ausspülen mit Wasser und Nachstofsen eines trockenen Propfens aus Papier oder entfetteter Watte mittels eines Holzstabes. Die Deckgläser müssen blankgeputzt sein und dürfen keine fehlerhaften Stellen oder Schrammen zeigen. Beim Füllen des Rohres ist seine Erwärmung durch die Hand zu vermeiden. Man fafst deshalb das unten geschlossene Rohr am oberen Teile nur mit zwei Fingern an, giefst es so voll, dafs die Flüssigkeitskuppe die obere Öffnung überragt, wartet kurze Zeit, um etwa entstandenen Luftblasen Zeit zum Aufsteigen zu lassen — was durch sanftes Aufstofsen des senkrecht gehaltenen Rohres beschleunigt wird — und schiebt das Deckgläschen von der Seite in wagerechter Richtung über die Öffnung des Rohres. Das Aufschieben mufs so schnell und sorgfältig ausgeführt werden, dafs unter dem Deckgläschen keine Luftblase entstehen kann. Ist das Überschieben das erste Mal nicht befriedigend ausgefallen, so mufs es wiederholt werden, nachdem man das Deckgläschen wieder geputzt und getrocknet und die Kuppe der Zuckerlösung an der Mündung des Rohres durch Hinzufügen einiger Tropfen der Flüssigkeit wieder hergestellt hat. Nach dem Aufschieben des Deckgläschens wird das Rohr mit der Kapsel verschlossen. Erfolgt der Verschlufs mit einer Schraubenkapsel, so ist mit Sorgfalt darauf zu achten, dafs diese nur so weit angezogen wird, dafs das Deckgläschen nur eben in fester Lage sich befindet; ist das Deckgläschen zu fest angezogen, so kann es optisch aktiv werden und man erhält bei der Polarisation ein unrichtiges Ergebnis. Ist die Schraube zu stark angezogen worden, so genügt es nicht, sie zu lockern, sondern man mufs auch längere Zeit warten, bevor man die Polarisation vornimmt, da die Deckgläschen das angenommene Drehungsvermögen zuweilen nur langsam wieder verlieren. Um sicher zu gehen, wiederholt man alsdann die Beobachtung mehrere Male nach Verlauf von je 10 Minuten, bis das Endergebnis eine Änderung nicht mehr erleidet.

VI. Vorbereitung des Polarisationsapparates zur Beobachtung.

Nachdem das Rohr gefüllt ist, hält man es gegen das Licht und überzeugt sich, ob das Gesichtsfeld kreisrund erscheint und ob insbesondere keine Teile des zur Milderung der Pressung des Deckgläschens eingelegten Gummiringes über den inneren Metallrand der Verschlufskapsel hervorragen. Zeigen sich solche Gummiteile, so ist ein anderes, trockenes Rohr unter Verwendung eines weiter ausgeschnittenen Gummiringes mit der Flüssigkeit zu füllen. Sodann wird der Polarisationsapparat zur Beobachtung bereit gemacht. Dieser soll in einem Raum aufgestellt werden, welcher möglichst eine Temperatur von 20° C. zeigt und welcher durch Verhängung der Fenster u. dgl. nach Möglichkeit verdunkelt ist,

damit das Auge bei der Beobachtung durch seitliche Lichtstrahlen nicht gestört wird. Es ist darauf zu achten, dafs die zum Apparate gehörige Lampe in gutem Zustande sei. Man stellt die Lampe in einer Entfernung von 15 bis 20 cm vom Apparat auf. Nach dem Anzünden wartet man mindestens eine Viertelstunde, ehe man zur Polarisation schreitet. Jede Veränderung der Beschaffenheit der Flamme oder der Entfernung der Lampe vom Apparat, also jedes Hoch- oder Niedrigschrauben des Dochtes oder der Flamme, jedes Vorwärtsschieben oder Drehen der Lampe beeinflufst das Ergebnis der Beobachtung.

Durch Verschieben des Fernrohrs, welches an dem vorderen Ende des Apparats sich befindet, stellt man diesen alsdann so ein, dafs die Linie, welche das Gesichtsfeld im Apparat in zwei Teile teilt, scharf zu erkennen ist. Man drückt dabei das Auge nicht an das Augenglas des Fernrohrs an, sondern hält es 1 bis 3 cm davon ab und sorgt dafür, dafs der Körper während der Beobachtung in bequemer Stellung sich befindet, da jede unnatürliche Stellung zu einer störenden Anstrengung des Auges führt. Wenn der Apparat richtig eingestellt ist, mufs das Gesichtsfeld kreisrund und scharf begrenzt erscheinen. Man beruhige sich niemals mit einer unvollkommenen Erfüllung dieser Vorbedingungen, sondern ändere die Stellung der Lampe des Apparats oder des Fernrohrs so lange, bis man das bezeichnete Ziel erreicht hat.

Man überzeuge sich zunächst von der Richtigkeit des Apparats, indem man die Polarisation einer Quarzplatte bestimmt, deren Drehungswert bekannt ist. Man legt die Platte so in den vorderen Teil des Apparats hinein, dafs sie dem Beobachter zugekehrt ist, schliefst den Deckel des Apparats und schreitet nun zur Beobachtung, indem man die Schraube unterhalb des Fernrohrs hin- und herspielen läfst, bis die beiden durch die Linie getrennten Hälften des Gesichtsfeldes gleich beschattet erscheinen.

Das Ergebnis der Nullpunktablesung wird in folgender Weise festgestellt: Man liest an der mit einem Nonius versehenen Skala des Apparats, welche man durch Verschiebung eines Spiegels scharf sichtbar machen kann, das Ergebnis der Einstellung ab. Auf dem festliegenden Nonius ist der Raum von 9 Teilen der Skala in 10 gleiche Teile geteilt. Auf der Skala liest man die ganzen Grade von 0 bis zum letzten Gradstriche vor dem Nullpunkte des Nonius ab; die Teilung des Nonius wird zur Ermittelung der zuzuzählenden Zehntel benutzt; diese sind durch die Nummer desjenigen Noniusstriches gegeben, welcher sich mit einem Striche der Skala deckt. Wenn der Apparat richtig ist, so mufs die gefundene Drehung mit dem bekannten Polarisationswerte der Quarzplatte übereinstimmen. Ist dies nicht der Fall, so mufs die Abweichung bei der Polarisation der Zuckerprobe in Anrechnung gebracht werden.

Man begnügt sich nicht mit einer Einstellung, sondern macht mindestens 6 Einstellungen und berechnet das Mittel der dabei gefundenen Abweichungen. Geben einzelne Ablesungen eine Abweichung von mehr als $^3/_{10}$ Teilstrichen von dem Durchschnitte, so werden sie als unrichtig ganz aufser Betracht gelassen. Zwischen je zwei Beobachtungen gönnt man dem Auge 20 bis 40 Sekunden Ruhe.

VII. Polarisation der Lösung.

Nachdem die Prüfung des Apparats stattgefunden hat, wird das Rohr mit der Zuckerlösung in den Apparat gelegt. Man wiederholt jetzt die Scharfeinstellung des Fernrohrs, bis die Linie, welche das Gesichtsfeld teilt, wieder deutlich sichtbar und ein scharfes kreisrundes Bild des Gesichtsfeldes erzielt wird. Bleibt das Gesichtsfeld auch nach Veränderung der Einstellung getrübt, so mufs die ganze Untersuchung noch einmal von vorn begonnen werden. Hat man dagegen ein klares Bild erzielt, so dreht man die unter dem Fernrohr befindliche Schraube wieder so lange, bis gleiche Beschattung eingetreten ist. Hierauf liest man an der Skala denjenigen Grad, welcher dem Nullpunkte des Nonius vorangeht, und an letzterem die Zehntelgrade ab. Wiederum führt man die einzelnen Beobachtungen mit Zwischenräumen von 10 bis 40 Sekunden so lange aus, bis 5 oder 6 derselben untereinander nun nicht mehr als $^3/_{10}$ Grade abweichen; als Endergebnis der Polarisation nimmt man den Durchschnitt der so ermittelten Werte. Ergab die Prüfung der Quarzplatte nicht den richtigen Wert, so mufs man die Abweichung berücksichtigen, und zwar hinzurechnen, wenn die Polarisation zu niedrig, und abziehen, wenn sie zu hoch war.

Anlage E.

Anleitung zur Ermittelung des Zuckergehaltes von zuckerhaltigen Waren.

Nach §§ 2, 3 der Anlage D darf für zuckerhaltige Waren mit den dort gedachten Ausnahmen die Vergütung der Zuckersteuer nur gewährt werden, wenn die Waren ohne Mitverwendung von Honig, Abläufen, Rübensäften und Stärkezucker hergestellt sind. Während die Nichtverwendung dieser Stoffe im allgemeinen durch die Überwachung der Fabrik und die Einsicht der Betriebsbücher ausreichend gesichert erscheint, ist die Nichtverwendung von Stärkezucker auch durch die chemische Untersuchung von Proben der Waren auf Stärkezuckergehalt festzustellen, und zwar soll das Vorhandensein von Stärkezucker angenommen werden, wenn für 100° Rechtsdrehung, welche sich aus der direkten Polarisation berechnet, die Linksdrehung der zu untersuchenden Lösung nach der Inversion 28° oder weniger beträgt.

Der Zuckergehalt der stärkezuckerfreien zuckerhaltigen Waren ist auf verschiedene Weise festzustellen, je nachdem sie weniger als 2 vom Hundert oder mindestens 2 vom Hundert Invertzucker enthalten. Infolgedessen ist zunächst die Untersuchung auf Invertzuckergehalt nach den Vorschriften des Abschnitts II 1 der Anlage A mit der Abweichung vorzunehmen, dafs die mit der Fehling'schen Lösung zu kochende Zuckerlösung nicht 10 g der Proben, sondern 10° Polarisation zu entsprechen hat.

Von zuckerhaltigen Waren, welche weniger als 2 vom Hundert Invertzucker enthalten, wird der Zuckergehalt nach dem Clerget'schen Verfahren festgestellt, wobei die Inversion genau nach den bezüglichen Vorschriften unter 1 der Anlage B zu bewirken, die Polarisation nach den Vorschriften in der Anlage C auszuführen ist.

Zur Berechnung des Zuckergehalts Z dient die Formel

$$Z = \frac{100 . (P - J)}{C - \frac{1}{2} t}.$$

P ist die Polarisation vor der Inversion, bezogen auf eine Lösung des in dem ganzen Normalgewichte der zu untersuchenden Ware enthaltenen Zuckers zu 100 ccm und bestimmt im 200 mm-Rohre.

J bedeutet die Polarisation der vorstehenden Lösung nach der Inversion im 200 mm-Rohre.

Benutzt man zur Inversion die nämliche Lösung, welche zur ersten Polarisation gedient hat, was zweckmäfsig ist, so genügt es, wenn man hierzu 50 ccm der Lösung verwendet.

C ist ein Wert, der von der Menge des in der zu invertierenden Lösung wirklich vorhandenen Zuckers abhängt. Diese Menge erhält man mit hinreichender Annäherung durch Vervielfältigung der abgelesenen Polarisation mit der Zahl der Kubikzentimeter des zur Inversion benutzten Teiles der ursprünglichen Lösung und mit dem ganzen Normalgewicht in Grammen und durch Teilung durch 10000. Die so ermittelte Menge, abgerundet auf ganze Gramm, ergibt den Betrag von C aus der nachfolgenden Tabelle.

Für g Zucker in 100 ccm	ist C einzusetzen mit	Für g Zucker in 100 ccm	ist C einzusetzen mit
1	141,85	8	142,32
2	141,91	9	142,39
3	141,98	10	142,46
4	142,05	11	142,52
5	142,12	12	142,59
6	142,18	13	142,66
7	142,25		

t ist die Temperatur während der Polarisation nach der Inversion im Polarisationsapparat in Graden Celsius.

Beispiel. Es sei der in dem halben Normalgewichte der Ware, 13 g, enthaltene Zucker zu 200 ccm gelöst; 100 ccm der Lösung entsprechen also dem $^1/_4$ Normalgewichte. Die abgelesene Polarisation vor der Inversion betrage bei Benutzung des 100 ccm-Rohres $+ 7^0$. Sie ist demnach mit 4 und, weil das 100 mm-Rohr verwendet wurde, nochmals mit 2 zu vervielfältigen. Es ergibt sich $P = + 56^0$.

Von der Lösung seien 50 ccm zur Inversion benutzt. Die Polarisation nach der Inversion betrage bei Benutzung des 200 mm-Rohres $- 2{,}35^0$ und somit für die 100 ccm der obigen ursprünglichen Lösung $- 4{,}7^0$; da die Lösung dem $^1/_4$ Normalgewicht entspricht, so ist $J = - 18{,}8$. Ferner ist die Menge des Zuckers, der in den zur Inversion verwendeten 50 ccm enthalten ist $= \frac{26 \,.\, 14 \,.\, 50}{10\,000} = 1{,}82$. Damit findet sich auf der Tabelle für C der Wert 141,91 und es wird nunmehr die Formel zur Berechnung des Zuckergehalts, falls die Temperatur während der Polarisation 19^0 C. betrug,

$$Z = \frac{100 \,.\, (56 + 18{,}8)}{141{,}91 - 9{,}5} = 56{,}49$$

oder abgerundet 56,5 Prozent.

Der Zuckergehalt derjenigen Waren, welche 2 vom Hundert oder mehr Invertzucker enthalten, ist nach dem unter 1 der Anlage B angegebenen Verfahren zu ermitteln. Zur Berechnung des Zuckergehalts dient die nachstehende Tabelle XI.

(Siehe Tabelle XI, S. 190.)

Hierauf wird der Prozentgehalt an Zucker berechnet und demnächst der Gesamtgehalt als Rohrzucker in Prozenten der Probe ausgedrückt. Geringere Bruchteile als volle Zehntel-Prozente bleiben unberücksichtigt.

Bei der Herstellung der Lösungen ist es in der Regel nicht zulässig, die festen Proben (Schokolade usw.) mit Wasser in einem Kölbchen bis zur Marke aufzufüllen, weil auch die unlöslichen Bestandteile einen gewissen Raum einnehmen und der hierdurch verursachte Fehler oft zu erheblich sein würde. Es ist daher in der Regel die Lösung erst nach der Filtrierung und dem Auswaschen des Rückstandes sowie nach Zusatz der Klärungsmittel zu einer bestimmten Raummenge aufzufüllen oder durch die doppelte Polarisation einer auf 100 ccm und auf 200 ccm verdünnten Lösung die Raummenge der unlöslichen Anteile in Anrechnung zu bringen.

Für die Klärung können bestimmte Vorschriften nicht gegeben werden. Gute Dienste leistet Tonerdebrei oder Bleiessig mit darauffolgendem Zusatz einer gleich grofsen Menge kaltgesättigter Alaunlösung. Für die Inversionspolarisation erfolgt die Klärung zweckmäfsig durch mit Salzsäure ausgewaschene Knochenkohle, deren Aufnahmevermögen für Zucker bekannt ist.

Tabelle XI.

Zur Berechnung des Rohrzuckergehaltes aus der gefundenen Kupfermenge bei 2 Minuten Kochdauer.

Cu mg	Rohrzucker mg	*Cu* mg	Rohrzucker mg	*Cu* mg	Rohrzucker mg	*Cu* mg	Rohrzucker mg	*Cu* mg	Rohrzucker mg	*Cu* mg	Rohrzucker mg
32	16,2	79	38,3	126	62,7	173	86,8	220	111,6	267	137,2
33	16,6	80	38,8	127	63,2	174	87,3	221	112,2	268	137,7
34	17,1	81	39,2	128	63,8	175	87,8	222	112,8	269	138,2
35	17,6	82	39,7	129	64,2	176	88,4	223	113,2	270	138,8
36	18,0	83	40,2	130	64,7	177	88,8	224	113,8	271	139,4
37	18,4	84	40,7	131	65,3	178	89,4	225	114,4	272	139.8
38	18,9	85	41,2	132	65,7	179	89,9	226	114,9	273	140,4
39	19,4	86	41,7	133	66,2	180	90,4	227	115,4	274	141,0
40	19,9	87	42,2	134	66,8	181	90,9	228	116,0	275	141,6
41	20,3	88	42,7	135	67,3	182	91,4	229	116,5	276	142,0
42	20,8	89	43,1	136	67,7	183	92,0	230	117,0	277	142,6
43	21,3	90	44,6	137	68,3	184	92,4	231	117,6	278	143,2
44	21,8	91	45,0	138	68,8	185	92,9	232	118,1	279	143,7
45	22,2	92	45,5	139	69,3	186	93,5	233	118,7	280	144,3
46	22,7	93	46,0	140	69,8	187	94,1	234	119,2	281	144,9
47	23,2	94	46,5	141	70,3	188	94,5	235	119,7	282	145,4
48	23,7	95	47,0	142	70,8	189	95,1	236	120,3	283	146,0
49	24,1	96	47,5	143	71,4	190	95,6	237	120,8	284	146,6
50	24,6	97	48,0	144	71,8	191	96,1	238	121,4	285	147,2
51	25,1	98	48,6	145	72,3	192	96,6	239	121,9	286	147,7
52	25,6	99	49,0	146	72,9	193	97,2	240	122,5	287	148,3
53	26,0	100	49,5	147	73,3	194	97,8	241	123,0	288	148,9
54	26,5	101	50,1	148	73,9	195	98,2	242	123,5	289	149,3
55	27,0	102	50,5	149	74,4	196	98,8	243	124,1	290	149,9
56	27,4	103	51,0	150	75,0	197	99,4	244	124,6	291	150,5
57	27,8	104	51,6	151	75,4	198	99,8	245	125,2	292	151,0
58	28,3	105	52,1	152	76,0	199	100,4	246	125,7	293	151,6
59	28,8	106	52,5	153	76.5	200	101,0	247	126,3	294	152,2
60	29,3	107	53,1	154	77,0	201	101,5	248	126,8	295	152,8
61	29,7	108	53,7	155	77,5	202	102,0	249	127,4	296	153,2
62	30,2	109	54,1	156	78,0	203	102,5	250	127,9	297	153,9
63	30,7	110	54,6	157	78,6	204	103,1	251	128,4	298	154,5
64	31,2	111	55,1	158	79,0	205	103,6	252	129,0	299	155,0
65	31,6	112	55,6	159	79,6	206	104,1	253	129,5	300	155,6
66	32,1	113	56,2	160	80,1	207	104,7	254	130,1	301	156,2
67	32,6	114	56,6	161	80,6	208	105,3	255	130,6	302	156,7
68	33,1	115	57,1	162	81.1	209	105,7	256	131,2	303	157,3
69	33,5	116	57,7	163	81,6	210	106,3	257	131,7	304	157,9
70	34,0	117	58,1	164	82,2	211	106,9	258	132,2	305	158,5
71	34,5	118	58,6	165	82,7	212	107,4	259	132,8	306	158,9
72	35,0	119	59,2	166	83,2	213	107,9	260	133,4	307	159,5
73	35,4	120	59,7	167	83,7	214	108,5	261	133,9	308	160,1
74	35,9	121	60,1	168	84,2	215	109,0	262	134,4	309	160,6
75	36,4	122	60,7	169	84,7	216	109,5	263	135,0	310	161,2
76	36,9	123	61,2	170	85,2	217	110,0	264	135,6	311	161,8
77	37,3	124	61,7	171	85,8	218	110,6	265	136,0	312	162,4
78	37,8	125	62,2	172	86,3	219	111,2	266	136,6		

Im einzelnen ist noch folgendes hervorzuheben:

A. Schokolade und andere kakaohaltige Waren.

Man feuchtet das halbe Normalgewicht der auf einem Reibeisen zerkleinerten Probe je in einem 100 und 200 ccm-Kölbchen mit etwas Alkohol an und übergiefst das Gemisch mit 75 ccm kaltem Wasser. Das Ganze bleibt unter öfterem Umschwenken ungefähr $^3/_4$ Stunde bei Zimmerwärme stehen. Alsdann füllt man genau bis zur Marke auf, schüttelt nochmals durch und filtriert. Die klaren Filtrate werden darauf im 200 mm-Rohre polarisiert. Bedeutet x die Raummenge der unlöslichen Anteile, a die Polarisation der Lösung im 100 ccm-Kölbchen, b diejenige im 200 ccm-Kölbchen, so ist

$$x = 100 \frac{a - 2b}{a - b}$$

und die tatsächliche Polarisation des halben Normalgewichtes Schokolade für 100 ccm Lösung

$$P = \frac{(100 - x) \cdot a}{100}.$$

B. Zuckerwerk.

a) Karamellen (Bonbons, Boltjes) mit Ausnahme der nicht vergütungsfähigen Gummibonbons.

Bei Karamellen, welche vom Anmelder als stärkezuckerhaltig bezeichnet worden sind, ist durch die Untersuchung festzustellen, dafs sie mindestens 80° Rechtsdrehung und mindestens 50 vom Hundert Zucker nach der vorstehend angegebenen Clerget'schen Formel zeigen. Anderenfalls sind sie als nicht vergütungsfähig zu bezeichnen. Karamellen, welche als stärkezuckerfrei angemeldet sind, müssen zunächst auf Stärkezuckergehalt geprüft werden. Ist kein Stärkezucker vorhanden, so erfolgt die Untersuchung ähnlich wie bei den Raffinadezeltchen.

b) Dragees (überzuckerte Samen und Kerne, auch unter Zusatz von Mehl).

Dragees werden ähnlich wie Schokolade ausgezogen.

c) Raffinadezeltchen (Zucker in Zeltchenform, auch mit Zusatz von ätherischen Ölen oder Farbstoffen).

Man löst das Normalgewicht der Probe im Messkolben von 100 ccm Raumgehalt, füllt zur Marke auf und nimmt die Filtration erst nachträglich vor.

d) Schaumwaren (Gemenge von Zucker mit einem Bindemittel, wie Eiweifs, auch nebst einer Geschmacks- oder Heilmittelzutat).

Die durch Zerreiben zerkleinerte Probe wird wiederholt in der Wärme mit 70prozentigem Branntwein ausgezogen. Die Auszüge werden

filtriert; der Rückstand ist auf dem Filter mit 70prozentigem Branntwein auszuwaschen. Die vereinigten Filtrate sind durch Eindampfen auf dem Wasserbade völlig von Alkohol zu befreien; der Rückstand wird mit Wasser in ein Kölbchen von 100 ccm Raumgehalt gespült. Nach Zusatz von Bleiessig und der doppelten Menge kaltgesättigter Alaunlösung wird bis zur Marke aufgefüllt und filtriert.

e) Dessertbonbons (Fondants usw. aus Zucker und Einlagen von Schachtelmus, Früchten usw.).

Die Probe wird in einem Messkolben von 100 ccm Raumgehalt mit Wasser übergossen. Bleibt wenig Rückstand, so kann ohne weiteres zur Marke aufgefüllt werden, anderenfalls mufs die Polarisation wie unter A bestimmt werden.

f) Marzipanmasse und Marzipanwaren (Zucker mit zerquetschten Mandeln).

Die Masse wird zweckmäfsig mit kaltem Wasser in einer Porzellanschale zerrieben. Das Gemisch wird durch feine Gaze oder durch einen Wattebausch filtriert und der Rückstand mit Wasser nachgewaschen. Das milchig getrübte Filtrat wird geklärt und entsprechend aufgefüllt. Marzipan ist in der Regel frei von Invertzucker.

g) Kakes und ähnliche Backwaren.

Man übergiefst das halbe Normalgewicht der fein zerriebenen Probe in einem Kolben von ungefähr 50 ccm Raumgehalt mit etwa 30 ccm kaltem Wasser und läfst das Ganze unter öfterem Umschwenken 1 Stunde stehen. Nach dieser Zeit filtriert man die überstehende Flüssigkeit mit Hilfe einer sehr schwach wirkenden Saugpumpe, zieht den Rückstand im Kolben noch mehrmals kürzere Zeit mit kaltem Wasser aus, bringt schliefslich die unlöslichen Bestandteile mit auf das Filter und wäscht mehrmals mit kaltem Wasser nach. Die vereinigten klaren Auszüge werden auf 100 ccm aufgefüllt. Der Zuckergehalt der Lösung wird in allen Fällen nach dem für die Untersuchung solcher zuckerhaltiger Waren angegebenen Verfahren ermittelt, welche 2 vom Hundert und darüber enthalten.

h) Verzuckerte Süd- und einheimische Früchte, glasiert oder kandiert; in Zuckeranflösungen eingemachte Früchte (Schachtelmus, Pasten, Kompott, Gallerte).

Sind die Waren stärkezuckerfrei, so ist die Bestimmung des Zuckers nach dem unter 1 in Anlage B gegebenen Verfahren auszuführen. Sind sie unter Verwendung von Stärkezucker eingemacht, so ist das weiter unten beschriebene Verfahren anzuwenden. Die Vorbereitung der Proben zur Untersuchung hat in folgender Weise zu geschehen:

Die für die Untersuchung entnommenen Früchte werden gewogen und in einen grofsen Trichter, in welchem sich ein Porzellansieb befindet,

geschüttet. Man läfst die Zuckerlösung möglichst gut abtropfen und nimmt darauf, falls bei Steinobst die Steine vor dem Einmachen nicht entfernt worden waren, deren Entfernung vor. Die Steine werden möglichst vom Fruchtfleisch befreit, gewogen und ihr Gewicht von dem Gesamtgewicht abgezogen. Die etwa an den Händen haften gebliebenen Teile des Fruchtfleisches und der Zuckerlösung werden am zweckmäfsigsten mit einem Messer entfernt und mit den Früchten in eine gut verzinnte Fleischhackmaschine oder eine andere geeignete Vorrichtung gebracht. Um einen gleichmäfsigen Brei zu erzielen, läfst man die Masse mehrere Male durch die Maschine gehen, fügt alsdann die Zuckerlösung hinzu und schickt das Ganze noch 4 bis 5 mal durch die Maschine. Beim Arbeiten nach diesem Verfahren kann nicht vermieden werden, dafs kleine Mengen des Breies an den inneren Wandungen der Gefäfse haften bleiben; doch sind diese im Vergleiche zum Gesamtgewichte so gering, dafs sie, ohne das Ergebnis der Untersuchung wesentlich zu beeinträchtigen, vernachlässigt werden können. Will man jedoch auf diese Mengen nicht verzichten, so spült man die betreffenden Gefäfse mit etwa 100 ccm lauwarmem Wasser aus, fängt die Flüssigkeit für sich auf, füllt sie zu 100 ccm auf und bestimmt darin den Rohzuckergehalt auf dieselbe Weise wie in der Hauptmenge. Die in diesen Resten ermittelte Rohrzuckermenge ist in entsprechender Weise bei der Berechnung zu berücksichtigen.

200 g des durch die Zerkleinerung erhaltenen Breies werden auf einer empfindlichen Tarierwage abgewogen und mit destilliertem Wasser auf 1 l verdünnt. Man läfst die Mischung unter häufigem Umschütteln 24 Stunden an einem kühlen Orte stehen und filtriert nach dem letzten Absetzen 200 ccm durch ein grofses Faltenfilter.

Handelt es sich um glasierte oder kandierte Früchte, so werden diese unter sinngemäfser Abänderung des Verfahrens in gleicher Weise für die Untersuchung vorbereitet.

Zur Ausführung der Zuckerbestimmung werden bei stärkezuckerfreien Früchten 50 ccm der nach obiger Anleitung erhaltenen Filtrate nach dem unter 1 der Anlage B vorgeschriebenen Verfahren invertiert und nach der Abstumpfung der Säuren mit einer Natriumkarbonatlösung, welche 10 g trockenes Natriumkarbonat im Liter enthält, mit Wasser zu 1 l aufgefüllt. 25 ccm dieser verdünnten Lösung dienen nach Zusatz von 25 ccm Wasser und 50 ccm Fehling'scher Lösung zur Zuckerbestimmung gemäfs dem obengenannten Verfahren.

a) Bei stärkezuckerhaltigen Früchten werden zur Bestimmung des reduzierenden Zuckers (Invertzucker + Stärkezucker) 100 ccm des Filtrats auf 500 ccm verdünnt; für gewöhnlich reicht dieser Grad der Verdünnung für die Ausführung der Bestimmung des reduzierenden Zuckers aus. Will man sich darüber Sicherheit verschaffen, so kocht

man als Vorprobe 2 ccm Fehling'sche Lösung 2 Minuten lang mit 1 ccm des verdünnten Filtrats; wird dabei nicht alles Kupfer reduziert, so ist die Verdünnung hinreichend. Im anderen Falle müssen 25 ccm des verdünnten oder 5 ccm des ursprünglichen Filtrates auf 50 ccm aufgefüllt werden. Mit dieser Verdünnung wird alsdann in allen Fällen die Ausführung der Bestimmung des reduzierenden Zuckers möglich sein; dazu verwendet man 25 ccm der verdünnten Lösung, setzt 25 ccm Wasser und 50 ccm Fehling'sche Lösung zu und verfährt weiter nach 1 in Anlage B.

b) Die Bestimmung des Gesamtzuckers erfolgt in der gleichen Weise wie die Invertzuckerbestimmung in den stärkezuckerfreien Früchten.

Der Gehalt der stärkezuckerhaltigen Früchte an Rohrzucker ergibt sich aus dem Unterschiede der auf 100 g Brei berechneten Mengen Rohrzucker vor und nach der Inversion.

Ist die bei der Zerkleinerung der Früchte an den inneren Gefäfswandungen haften gebliebene Menge des Breies besonders gesammelt und der Zuckergehalt darin ermittelt worden, so ist dieses Ergebnis bei der Berechnung entsprechend zu berücksichtigen.

Behufs Untersuchung von Schachtelmus, Pasten, Kompott, Gallerte u. dgl. werden 200 g der Ware in einer Porzellanreibschale mit Wasser zu einem gleichmäfsigen Brei zerrieben und mit Wasser zu 1 l aufgefüllt. Die Untersuchung erfolgt weiter nach dem für stärkezuckerfreie gezuckerte Früchte angegebenen Verfahren.

C. Zuckerhaltige alkoholhaltige Flüssigkeiten.

Bei der Polarisation braucht der Alkohol nicht entfernt zu werden, vor der Inversion mufs dies jedoch geschehen.

D. Flüssiger Raffinadezucker.

Der flüssige Raffinadezucker enthält in der Regel Invertzucker. Die Untersuchung kann sich darauf beschränken, festzustellen, dafs mindestens ein Zuckergehalt von insgesamt 75 vom Hundert vorhanden ist.

E. Invertzuckersirup.

Die Feststellung des Zuckergehalts erfolgt nach dem unter 1 in Anlage B angegebenen Verfahren.

F. Eingedickte Milch.

100 g der Milchprobe werden abgewogen, mit Wasser zu einer leicht flüssigen Masse verrührt und in einen Mefskolben von 500 ccm Raumgehalt gespült. Die Flüssigkeit wird hierauf mit etwa 20 ccm Bleiessig versetzt, mit Wasser zu 500 ccm aufgefüllt, durchgeschüttelt und filtriert.

Vom Filtrat werden 75 ccm in einen Kolben von 100 ccm Raumgehalt gebracht und, wenn erforderlich, mit etwas Tonerdebrei versetzt. Darauf wird mit Wasser zur Marke aufgefüllt, filtriert und nach Anlage C polarisiert.

Ferner werden 75 ccm desselben Filtrates mit 5 ccm Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1,19 versetzt, nach Vorschrift der Anlage B invertiert, zu 100 ccm aufgefüllt und filtriert, worauf wiederum die Polarisation für 20° C. bestimmt wird. Hiernach berechnet sich der Gehalt Z der eingedickten Milch an Rohrzucker aus der Gleichung

$$Z = -1{,}25\ (1{,}016\,.\,P - J),$$

worin P die vor der Inversion, J die nach der Inversion gefundene Polarisation bedeutet.

Beispiel. Die Polarisation P sei $+28{,}10$, die Polarisation J werde zu $-0{,}30$ ermittelt. Setzt man diese bei dem Zahlenwerte für P und J in die eben angegebene Formel, so erhält man

$$Z = -1{,}25\ (1{,}016\,.\,28{,}10 + 0{,}30) = 36{,}06.$$

Demnach ist der Gehalt der eingedickten Milch an Rohrzucker zu 36,1 vom Hundert anzunehmen.

Schlufsbestimmung.

Über jede Untersuchung ist der Amtsstelle, welche die Probe eingesandt hat, eine Befundsbescheinigung zu übermitteln, welche aufser der genauen Bezeichnung der Probe Angaben über die Art und das Ergebnis der Ermittelungen und den daraus berechneten, in Hundertteilen anzugebenden Zuckergehalt, sowie einen Vermerk über die Art der verwendeten Mefsgeräte zu enthalten hat.

Die Zuckerrübe.

Probenahme.

Wie schon bei der Besprechung der Probenahme von Rohzuckern hervorgehoben wurde, beeinflufst die Probenahme der Substanz das Resultat der chemischen Untersuchung derselben. Ebenso ist es bei der Untersuchung der Rüben.

Der praktische Wert und die Richtigkeit der Untersuchung hängen in hohem Mafse von einer sorgfältigen Entnahme wirklich zutreffender Durchschnittsproben ab. Die Rübe bietet ein sehr ungleichmäfsiges Material, denn der Zucker ist keineswegs gleichmäfsig in der Rübe verteilt (siehe S. 19), sondern es ist auch der Zuckergehalt verschiedener auf ein und demselben Felde gewachsener und unter ganz gleichen Umständen gezüchteter Rüben ein aufserordentlich schwankender.

Wenn Durchschnittsproben ganzer Rüben gesammelt werden sollen, so nimmt man am besten die zur Feststellung der „Schmutzprozente“ dienenden Proben. Da das Gewicht dieser Proben einige Zentner ausmacht, so mufs man unter diesen Rüben noch eine weitere Auswahl treffen. Diese Auswahl wird aber stets mehr oder weniger eine willkürliche bleiben.

Die ausgewählten Rüben werden nach dem Waschen von den Köpfen und den dünnen Schwanzteilen befreit. Sind die Rüben gefroren, so läfst man dieselben vor der Untersuchung ganz allmählich in einem mäfsig warmen Raume auftauen.

Zur Untersuchung bestimmter, z. B. eingesandter Rüben arbeitet man am besten nach der von den österreichischen Chemikern vereinbarten Vorschrift.[1]) Zur Erzielung einer richtigen Durchschnittsprobe sind, falls nur wenige Wurzeln eingesendet wurden, sämtliche Rüben zu zerkleinern: ist eine gröfsere Anzahl von Rüben vorhanden, so wird von jeder ein ihrer Gröfse entsprechender aliquoter Teil (ein Ausschnitt oder Segment der Länge nach) zur Zerkleinerung gebracht. Zu *einer* Probe, also zu *einer* Zuckerbestimmung, sollen höchstens 30 Rüben benutzt werden. Enthält das eingesandte Muster mehr als 30 Rüben, so wird es in mehrere kleinere Muster von gleichem Gewichte geteilt und der arithmetische Durchschnitt sämtlicher Befunde gilt als Zuckergehalt des Gesamtmusters.

[1]) Jahr- und Adrefsbuch der Zuckerfabriken und Raffinerien Österreich-Ungarns 1899/1900, 80.

Will man gleichartige Muster erhalten, so müssen die einzelnen Rüben nach dem Köpfen und Putzen jede für sich gewogen werden. Darauf ordnet man dieselben nach dem Gewicht so, daſs man sie, mit dem niedrigsten Gewichte beginnend, in eine Reihe legt. Darauf nimmt man zur ersten Probe die auf einer ungeraden Zahl liegenden, also 1, 3, 5, 7 usf., zur zweiten Probe die auf einer geraden Zahl, also 2, 4, 6, 8 usf. befindlichen Rüben.

Vor der Absendung der Proben sollen dieselben gewogen werden und den untersuchenden Chemikern die betreffenden Gewichte mitgeteilt werden. Auf diese Weise ist es möglich, auf eine eventuelle Austrocknung und hierdurch bedingte Veränderung in der Zusammensetzung Rücksicht zu nehmen.

Viel leichter ist es, eine zutreffende Durchschnittsprobe aus den frischen Rübenschnitzeln zu erhalten. Bei der Zerkleinerung in der Schnitzelmaschine tritt allerdings eine gute Mischung der Schnitzel ein, da gleichzeitig immer eine gröſsere Anzahl Rüben zerschnitten werden. Um richtige Durchschnittsmuster zu erhalten, ist trotzdem eine fortwährende, Tag und Nacht gleichmäſsig fortgesetzte Probenahme nötig. In vielen Fabriken wird dieser für die Verlustbestimmung wichtigsten Operation vielfach zu wenig Aufmerksamkeit geschenkt, indem gewöhnlich nur am Tage 3 oder 4 mal einige Minuten lang Schnitzelproben aus der Maschine genommen werden. In solchen Fabriken kann natürlich von einer genauen Verlustbestimmung keine Rede sein. Aber auch dort, wo Tag und Nacht in regelmäſsigen kleinen Zeitabschnitten, z. B. bei jeder Diffuseurfüllung, Proben entnommen werden, darf man nicht erwarten, daſs jedes Muster, dessen Menge den verarbeiteten Rüben gegenüber ja sehr klein ist, dem wirklichen Durchschnitt dieser Rüben entspricht. Dagegen wird der aus diesen Proben ermittelte Wochendurchschnitt dem wirklichen Durchschnittszuckergehalt so genau wie überhaupt möglich entsprechen und eine etwaige kleine Abweichung davon, deren Höchstbetrag man auf 0,1—0,2 Prozent der Rüben schätzen kann, kann ebensogut nach oben wie nach unten zu liegen.[1])

Da man die Proben nicht jede Stunde, sondern nur 3 bis 4 mal in jeder Schicht untersuchen kann, so können dieselben sich in ihrem Zuckergehalt verändern. Wie durch Versuche ermittelt wurde, halten sich Schnitzel von gesunden Rüben, wenn sie in einem gut verschlossenen Gefäſs und an einem nicht zu warmen Ort aufbewahrt werden, mindestens 3 Stunden lang unverändert. Sind dagegen die Rüben gefroren oder angefault gewesen, so müssen häufigere Analysen kleinerer Proben gemacht werden, um eine Polarisationsabnahme der Schnitzel zu vermeiden.

[1]) Claaſsen, Korrespondenzblatt 1893, No. 11.



Sehr sorgfältig ist auf einen guten Verschlufs der Sammelgefäfse zu achten; eine durch schlechten Verschlufs hervorgerufene Wasserverdunstung bedingt eine Gewichtsabnahme, also eine Zunahme des prozentischen Zuckergehaltes.

Die Zuckerbestimmung in der Rübe.[1])

Früher führte man die Bestimmung des Zuckers in dem ausgeprefsten Rübensaft aus, indem man 100 ccm davon mit 10 ccm Bleiessig klärte und die Ablenkung des Filtrats im Polarimeter bestimmte. Man nahm dabei in Deutschland an, dafs die Rübe annähernd 95, in Österreich, dafs sie 94 Prozent Saft enthalte, und berechnete demgemäfs aus der Polarisation des Saftes den Zuckergehalt der Rübe durch Multiplikation mit $^{95}/_{100}$ bezw. $^{94}/_{100}$. Man erkannte bald beim Vergleich mit den Ergebnissen des praktischen Fabrikbetriebes, dafs dieses Verfahren der Zuckerbestimmung ungenau sein müsse, schob aber irrtümlicherweise die Schuld daran allein dem Umstande zu, dafs die Rüben neben Zucker andere optisch aktive Substanzen enthalten, welche das Resultat der Polarisation unrichtig machen. Solche Substanzen waren besonders von Scheibler aus der Rübe isoliert worden. Sickel[2]) führte z. B. davon 1877 an: Äpfelsäure, Asparagin, Asparaginsäure, Arabinsäure, Dextran und Invertzucker. Ein 1875 vom Verein für Rübenzuckerindustrie erlassenes Preisausschreiben führte in zwei preisgekrönten Arbeiten ausschliefslich zu Methoden, welche sich bestrebten, *im Rübensaft* die störende Beeinflussung durch die genannten Substanzen zu beseitigen, was auch der Preisrichterkommission keinen Anlafs zu Bemerkungen gab, während jedoch die Zuckerbestimmung *in der Rübe,* nicht *im Saft* ausdrücklich gefordert worden war.

Erst während man an der Lösung dieser Aufgabe arbeitete, fing sich die Erkenntnis an Bahn zu brechen, dafs es nicht allein und nicht hauptsächlich die fremden, optisch aktiven Substanzen sind, welche die Saftpolarisation unrichtig machen, sondern dafs die Faktoren $^{95}/_{100}$ und $^{94}/_{100}$, mittelst welcher man von Saft auf Rübe berechnete, falsch seien.

---

[1]) Dieser Aufsatz ist aus der Feder Prof. Herzfeld's, welcher denselben 1893 in dem längst vergriffenen Korrespondenzblatte des Vereins akademisch gebildeter Zuckertechniker veröffentlichte. Es werden wohl die Schüler und Verehrer Herzfeld's es dem Verfasser zu Dank anrechnen, wenn dieser Aufsatz nicht in Vergessenheit geraten soll. Herzfeld beabsichtigte mit diesem Artikel nur ganz allgemeine, auch für den Anfänger verständliche Ausführungen und Regeln zu geben.

[2]) Vereinszeitschrift 1877, 779.



Zwar ergibt die Bestimmung des trockenen Rübenmarks in der Regel einen Gehalt von 5 %, es ist aber irrtümlich, hieraus schliefsen zu wollen, dafs daneben 95 % Saft enthalten sind. Denn dieses Rübenmark bindet auch ein beträchtliches Volumen Wasser, dessen Gewicht oft gröfser ist als das des Markes selbst, als Kolloidwasser. Man mufs sich vorstellen, dafs dieses Wasser durch die nicht kristallisierte Pektinsubstanz, welche den Hauptbestandteil des Markes ausmacht, in ähnlicher Weise festgehalten wird, wie Kristallwasser. Dieses als reines Wasser chemisch gebundene Kolloidwasser ist zuckerfrei, und findet sich deshalb in Wirklichkeit ein viel konzentrierterer Saft in den Rüben, als die Annahme von 95 % Teilen Saft voraussetzt, und die Zuckerbestimmungen im Saft fallen in der Regel zu hoch aus. Es tritt aber zuweilen das Umgekehrte ein, d. h. die Zuckerbestimmungen im Saft sind zu niedrig, was sich in einigen wenigen Fällen kaum anders erklären läfst, als dafs Zucker unlöslich und nicht in den Prefssaft gehend in verholzten Teilen der Rübe angenommen wird. Doch spielt auch die Feinheit des Rübenbreies, die Füllung der Presse, die Stärke des Druckes und die Zeitdauer des Pressens, sowie überhaupt die Schnelligkeit der Arbeit eine grofse Rolle bezüglich der Zusammensetzung des Saftes. Läfst man den Rübenbrei an der Luft längere Zeit stehen, so zeigt er Quellungserscheinungen und gibt beim Pressen häufig weniger und anders zusammengesetzten Saft. Stellt man groben Brei her, so erhält man zuckerärmeren Saft wie aus feinem Brei, weil beim groben Brei nur aus den wenigen zerrissenen Zellen natürlicher Saft ausgeprefst wird, während aus den unzerrissenen der Saft nur durch Osmose durch die Zellmembranen proportional dem Druck der Presse gewonnen wird. Da aber die Salze erheblich rascher diffundieren als der Zucker, ist dieser diffundierte Saft bedeutend zuckerärmer und salzreicher, also von niedrigerem Quotienten als der Prefssaft von sehr feinem Brei, welcher vorzugsweise zerrissene Zellen enthält, bei denen der Saft ohne Diffusion gewonnen wird. Eine Zeit lang hat man zur Vermeidung dieser Übelstände darauf gedrungen, um wenigstens vergleichbare Resultate zu erhalten, dafs stets Brei von bestimmter Feinheit hergestellt, eine bestimmte Menge, ungefähr 300 g, in die Presse gebracht und unter einem vorgeschriebenen Druck (250 Atmosphären) geprefst wurde; indessen auch dieses Verfahren genügte nicht, weil auch dabei bei wechselndem Rübenmaterial häufig ganz widersprechende Resultate erhalten wurden. Es beruht dies darauf, dafs der Quellungszustand der Rübenzellsubstanz je nach den Wachstums- und Aufbewahrungsbedingungen der Rübe ein äufserst wechselnder sein kann und somit die Menge des Kolloidwassers stark schwanken kann.

Infolge des oben erwähnten Preisausschreibens des Vereins waren zwei Bewerbungen eingegangen, von denen die zweite, von Dr. Sickel herrührende, vorschlug, die Zuckerbestimmung statt in dem wässerigen

in stark alkoholischem Saft vorzunehmen, da in alkoholischer Lösung das Drehungsvermögen der meisten damals bekannten optisch aktiven Nichtzucker der Rübe fast gänzlich ausgelöscht würde. Die Arbeit erhielt nur den zweiten Preis, weil Landolt als Preisrichter auf Grund eigener Versuche in irrtümlicher Auslegung derselben behauptete, in alkoholischer Lösung zeige der Zucker ein anderes Drehungsvermögen als in wässeriger, eine Angabe, welche alsbald von Sickel selbst, ferner von Scheibler und später noch sehr eingehend und sorgfältig von Tollens widerlegt wurde. Diese Sickel'sche Methode, welche noch heute für Saftuntersuchungen als die genaueste dasteht, gab Scheibler die Anregung, den Zucker mittelst Alkohol direkt aus der Rübe zu extrahieren. Er ging zum ersten Male von einer gewogenen Menge Brei aus, beseitigte also die Umrechnung von Prefssaft auf Rübe, brachte diesen Brei in einen Apparat, welcher dem damals schon seit Jahren zur Fettextraktion mit Äther in landwirtschaftlichen Laboratorien üblichen glich, extrahierte mit starkem Alkohol und füllte den Extrakt mit etwas Bleiessig und Wasser zur Marke auf. Verdünnter Alkohol erweist sich als unzweckmäfsig, weil die Flüssigkeit während der Extraktion alsdann stark schäumt. Sickel führte statt des Auffüllens zur Marke mit Wasser dasjenige mit Alkohol ein, um etwa extrahierte optisch-aktive Nichtzuckerstoffe sicherer zu fällen; aufserdem verwendete er später statt des Scheibler'schen Apparates den Soxhlet'schen Heberextraktionsapparat, welcher gleichfalls ursprünglich der Milchanalyse diente. Die weitere Ausbildung der Methode führte zunächst zur Konstruktion einer ganzen Reihe zum Teil sehr sinnreicher Apparate. Man bezweckte dabei zunächst die Extraktion in siedendem Alkohol statt mit sich abkühlendem zu vollziehen; neuerdings ist auch ein Apparat beschrieben worden, welcher mit Luftleere arbeitet und statt Alkohol Wasser zur Auslaugung braucht. Bei letzterem Verfahren mufs der Rübenbrei immer mit Bleiessig beschickt werden, aus Gründen, welche weiter unten klar gelegt werden.

Endlich hat man an geeigneter Stelle Probenehmer an dem Apparate angebracht, welche, ohne den Apparat auseinandernehmen zu müssen, gestatten, einige Tropfen des letzten Extraktes gesondert zu entnehmen, um durch Prüfung mit α-Naphtol und Schwefelsäure zu prüfen, ob noch Zucker darin vorhanden ist.

Das Bestreben, mit möglichst einfachen Vorrichtungen zu arbeiten, führte Rapp dazu, die Extraktion des Zuckers aus dem Rübenbrei in einem Kolben auszuführen, welcher gleichzeitig als Mefsgefäfs dient. Bei seiner Methode, *heifse alkoholische Digestion* benannt, wurde ungefähr das doppelte Normalgewicht mit heifsem Alkohol digeriert, zu 200 ccm aufgefüllt, das Filtrat mit Bleiessig geklärt und untersucht. Rapp zeigte auch bereits, dafs der Fehler, welcher bei dieser Methode durch Vernach-

lässigung des Volumens des Rübenbreies beim Auffüllen zur Marke begangen wird, nicht so grofs ist, als man nach dem Augenschein annehmen sollte. Der Rübenbrei besteht eben zum gröfsten Teil aus Saft, welcher mit dem Alkohol vermischbar ist. Rapp berechnete, dafs das Unlösliche bei 95 Prozent Saftgehalt auf 100 g Brei 5, auf 50 folglich 2,5 g betrage, welche nach direkter Bestimmung unter Benzol einen Raum von nur 1,2 ccm einnehmen; in Wirklichkeit hätte man also das doppelte Normalgewicht statt zu 200 nur zu 198,8 gelöst, statt 100 also 99,4, und würde man durch Multiplikation mit 0,994 diesen Fehler beseitigen können. Die meisten Fabriklaboratorien ziehen es aus diesem Grunde vor, statt 100 ccm-Kolben solche von 100,6 ccm Inhalt für die Digestion zu benutzen.

Die Rapp'sche Methode wurde zunächst von Degener und Tollens und seinen Schülern weiter bearbeitet, indem die Benutzung von heifsem Alkohol beibehalten wurde. Stammer suchte sie dadurch zu vereinfachen, dafs er kalten Alkohol benutzte, wozu natürlich vor allem ein sehr feiner, sogenannter geschliffener Rübenbrei erforderlich war, welcher aus ganzen Rüben mit der Keil & Dolle'schen Reibe, in Frankreich Pellet'sche Reibe genannt, und aus Rübenschnitzeln mittelst der Suckow'schen Mühle hergestellt werden soll. Indessen wurden sowohl bei der kalten als heifsen Arbeit häufig widersprechende Resultate erhalten, deren Aufklärung erst nach langer Zeit gelang, nachdem aufser den genannten noch viele andere Chemiker daran gearbeitet hatten.

Das Kolloidwasser und die Quellungszustände der Zelle nämlich, welches die alte Saftuntersuchung falsch machten, spielt auch bei der alkoholischen Digestion eine wichtige Rolle. Es gelingt zwar zuweilen, durch blofses Erhitzen, ja selbst durch Behandlung mit kaltem Alkohol diesen Quellungszustand aufzuheben, häufig aber nicht. Alsdann nimmt einerseits der Brei ein gröfseres Volumen ein, als das von Rapp für die Trockensubstanz gefundene, anderseits gelingt es überhaupt nicht, den Zucker in der üblichen Erhitzungszeit von $^1/_2$ bis 1 Stunde zu extrahieren. Das ist sehr mifslich, da ja überhaupt die Digestionsmethode gegenüber der Extraktion den Nachteil hat, dafs man die Endreaktion nicht durch Untersuchung des Breies feststellen kann, weil der Rübenbrei immer mit der Zuckerlösung durchtränkt bleibt.

Das Ausziehen gelingt aber leicht, wenn man von Anfang an *Bleiessig* zusetzt, *weil die Bleisalze des Pektins, welche dadurch gebildet werden, mehr körnig und nicht gequollen sind.*

Man hatte ferner anfänglich nicht beachtet und vernachlässigt noch heute oft bei Ausübung der Digestion, *dafs man von Anfang an sogleich zur Marke auffüllen mufs* und nicht etwa den Kolben blofs zur Hälfte oder $^3/_4$ mit Alkohol füllen darf. Hat man letzteres getan, so mufs man nach *dem Auffüllen mindestens noch 2 Stunden* stehen lassen, da sonst

auch bei sofortigem Beiessigzusatz der feuchte Rübenbrei, welcher ungefähr $^1/_8$ des Kolbens einnimmt, konzentriertere Zuckerlösung zurückhält, welche nicht in das Filtrat gelangt, als die überstehende Flüssigkeit. Es sind eben mindestens 2 Stunden erforderlich, um zu bewirken, dafs durch Osmose der Ausgleich in der Zusammensetzung der Flüssigkeit stattfindet; bei sehr grobem Brei kann auch dieser Zeitraum unter Umständen ungenügend sein, man vermeidet aber diese Fehlerquelle durch Auffüllen zur Marke vor der Digestion.

Die Rücksicht auf den höherem Preis des Alkohols, sowie die Entdeckung, dafs bei richtiger Anwendung des Bleiessigs die meisten der oben genannten aktiven Nichtzucker damit ausgefällt werden können, veranlafste Pellet, aus der alkoholischen Digestion eine wässerige zu machen. Dabei führte er auch das Ausziehen des Breis entweder in der Wärme oder in der Kälte aus.

Die kalte wässerige Digestion gibt, wenn sie mit sehr feinem Brei ausgeführt wird, der Bleiessig direkt zum Brei und nicht zum Filtrat gesetzt wird und die Menge des Bleiessigs richtig bemessen wird, in den meisten Fällen Resultate, welche mit denen der Scheibler-Sickel'schen Extraktion übereinstimmen. Auch hier gilt es, bezüglich des Bleiessigzusatzes und des Auffüllens zur Marke dieselben Grundsätze zu beobachten, welche für die alkoholische Digestion aufgeführt sind.

Die heifse wässerige Digestion dagegen gibt in der Regel zu hohe Resultate, weil sich dabei aus den Pektinkörpern der Rübe stark rechtsdrehende, lösliche Bleisalze bilden, deren Fällung mit Bleiessig in wässeriger Lösung in der Regel nicht gelingt; die Polarisationen fallen deshalb meist zu hoch aus. Die Methode ist deshalb zu verwerfen.

Der augenblickliche Stand der Rübenuntersuchung ist nach dem Gesagten kurz folgender:

Unbedingt zu verwerfen sind die Methoden, welche auf Analyse des Prefssaftes und Umrechnung auf Rübe mit dem Faktor 0,95 beruhen.

Heifses Wasser zusammen mit Bleiessig geben stets rechtsdrehende Nichtzucker aus Zellsubstanzen, deshalb ist sowohl unbedingt die heifse wässerige Digestion als auch ohne vorherige genaue Prüfung, die jedoch noch aussteht, die heifse wässerige Extraktion im luftleeren Raum zu verwerfen.

Die kalte wässerige Digestion gibt häufig richtige Resultate, sollte aber nur mit Vorsicht und unter zeitweisem Vergleich der Resultate mit denen der Alkoholextraktion benutzt werden.

Gegen die alkoholischen Digestionen, heifse wie kalte, ist nichts einzuwenden, sofern sie richtig und unter Beachtung der erwähnten Vorsichtsmafsregeln ausgeführt werden, was aber in der Praxis vielfach vernachlässigt wird. Die Extraktion mit Alkohol besitzt den Vorzug, dafs

sie gestattet, festzustellen, ob aller Zucker aus dem Rübenbrei ausgezogen ist, was bei den Digestionsmethoden nicht möglich ist.

Handelt es sich um wissenschaftliche Untersuchungen, so wird man deshalb stets die Extraktion mit Alkohol allen anderen Methoden vorziehen, auch aus der Erwägung, dafs viele organische Verbindungen in Wasser lösliche, aber in Alkohol unlösliche Bleisalze bilden. Zugegeben mufs aber werden, dafs wir zwar qualitativ eine ganze Anzahl optisch aktiver Nichtzucker der Rübe kennen gelernt haben, unsere Kenntnisse über die Quantitäten derselben aber ganz und gar ungenügend sind, weshalb auch der experimentelle Beweis dafür, dafs bei der kalten wässerigen Digestion durch Bleiessig nicht fällbare, optisch aktive Nichtzucker im Saft verbleiben, welche durch Alkohol und Bleiessig gefällt werden oder doch ihr Drehungsvermögen einbüfsen, bis jetzt nicht gelungen ist. Aufserdem darf nicht unerwähnt bleiben, dafs in der Rübe und in den Produkten der Fabrikation späterhin optisch aktive Substanzen entdeckt worden sind, deren Beseitigung durch keine der erwähnten Methoden, auch mit Alkohol nicht gelingt, z. B. die Raffinose, das Saccharin. Immerhin dürfen wir nicht vergessen, dafs dank dem gemeinsamen Streben einer grofsen Anzahl ausgezeichneter Chemiker die Zuckerfabrikation in der raschen Bewertung ihres Rohmaterials allen anderen Industrien überlegen ist. Wenn die Industrie mit dem Erreichten noch nicht zufrieden ist, und wir sehen, wie von allen Seiten nach weiterer Vervollkommnung der Rübenanalyse gestrebt wird, so ist das ein erfreuliches Zeichen dafür, dafs die Industrie auf dem Wege weiterer Vervollkommnung begriffen ist. Wir verdanken das Erreichte in erster Linie aber dem glücklichen Umstand, dafs die Saccharose optisch aktiv ist, unter wechselnden Verhältnissen eine Konstanz der Drehung zeigt, wie kein anderer Körper, und endlich, dafs wir in dem Polarisationsinstrument eine so sinnreiche Vorrichtung zur praktischen Ausnutzung dieser herrlichen Eigenschaft des Zuckers besitzen, wie sie keiner anderen Industrie zur raschen Untersuchung ihres Materials zur Verfügung steht.

Ausführung der Zuckerbestimmungen.

Die Rüben- bezw. Schnitzelproben müssen für die Zwecke der Untersuchungen einer weiteren Zerkleinerung unterworfen werden. Hierbei ist besonders darauf zu achten, dafs keinerlei Saftverluste eintreten. Die ganzen Rüben werden vermittelst der Kiehle'schen Rübenschleifmaschine oder der Rübenbohrmaschine von Keil und Dolle, ferner auch mit der in Österreich viel benutzten Perner'schen Reibe oder endlich mit der

von Kiehle konstruierten Quetschmühle in einen äufserst feinen sogenannten „unfühlbaren geschliffenen“ Brei verwandelt.

Ist man nicht im Besitze einer mechanischen Reibe, so zerschneidet man die Rüben der ganzen Länge nach in halbe, viertel oder achtel Stücke und zerreibt diese auf einer gewöhnlichen Blechreibe.

Infolge der ungleichmäfsigen Verteilung des Zuckers in der Rübe erhält man mit dem Keil'schen Bohrer, der beim Bohren das Rübenfleisch gleichzeitig in feinen Brei verwandelt, keine guten Durchschnittsproben; es können derartige Proben wohl Vergleichszahlen für den Einkauf der Rübe, nicht aber genaue Werte zur Berechnung des in die Fabrik mit den Rüben eingeführten Zuckers ergeben.

Für diesen letzteren Zweck nimmt man gewöhnlich die durch Untersuchung der frischen Rübenschnitzel erhaltenen Werte, einmal, weil sich von den Schnitzeln viel leichter eine gute Durchschnittsprobe erhalten läfst, und dann, um die durch das Lagern der Rüben in den Mieten und Rübensälen entstehenden Verluste nicht dem Fabrikbetrieb zur Last zu schreiben.

Wie schon oben gesagt, nimmt man die frischen Schnitzel vom Schnitzeltransporteur in möglichst kurzen Zeitintervallen und sammelt sie in gut verschliefsbaren Gefäfsen, aus denen sie mehreremal des Tags zur Untersuchung entnommen werden. Diese Schnitzel zerkleinert man in der sogenannten Fleischhackmaschine oder in ähnlichen, nach dem gleichen Prinzip konstruierten Apparaten. Will man einen sehr feinen Brei erzielen, so benutzt man dazu die von Stammer-Suckow und anderen konstruierten Schnitzelmühlen.

Wie schon oben hervorgehoben wurde, sind fünf Methoden für die Extraktion des Zuckers aus dem Rübenbrei in Anwendung. Der Wert derselben für Praxis und Wissenschaft ist bereits in den vorhergehenden einleitenden Zeilen in dem Herzfeld'schen Artikel so eingehend besprochen worden, dafs es hier nur noch erübrigt, die Ausführungen derselben zu beschreiben.

1. Die alkoholische Extraktion.

Zur alkoholischen Extraktion wird der von Sickel abgeänderte Soxhlet'sche Extraktionsapparat benutzt, wie er in Fig. 62 dargestellt ist. Er besteht aus dem unten geschlossenen, zur Aufnahme des Rübenbreis bestimmten Glaszylinder A mit dem weiteren Ansatzrohre B. An die tiefste Stelle von A ist ein dünnes Heberrohr D eingesetzt, das, dicht anliegend, etwa bis zur halben Höhe von A aufsteigt, dann abwärts führt und in B einmündet. Weiter ist durch das weitere Rohr C eine Verbindung zwischen B und dem oberen Teile von A hergestellt. Auf A wird ein Kühler E befestigt, während B mit einem, einen erweiterten Hals besitzenden, 100 ccm Kölbchen verbunden ist. Auf den Boden von A legt man ein feines Drahtnetz, um zu verhüten, dafs Breiteile in das

Rohr *D* gelangen und dieses verstopfen. Die auf der Tarierschale abgewogene Menge groben Rübenbreis (26,0 g bei 100 wahren $\left(t = \frac{20}{4}\right)$, 26,048 g



Fig. 62. Apparat zur alkoholischen Extraktion.

bei Mohr'schen Kubikzentimetern) wird in dieser *vor* dem Einbringen in den Extraktionsapparat mit 3 ccm Bleiessig versetzt.

Durch den direkten Bleiessigzusatz bewirkt man nicht nur, dafs sich Nichtzuckerstoffe unlöslich an Blei binden, sondern es wirkt derselbe auch in günstiger Weise auf den Quellungszustand des Markes (siehe S. 201) ein und verkürzt dadurch die Extraktionsdauer.

Wendet man geschliffenen Rübenbrei an, so mischt man diesen vor dem Einfüllen zweckmäfsig mit reinen Glasperlen. Hierdurch erreicht man eine möglichst gleichmäfsige Verteilung des Breis und vermeidet die Bildung von Klumpen.

Mehrfachen Wünschen zufolge veröffentlichte Prof. Herzfeld die Arbeitsvorschrift für die Extraktionsmethode, wie sie im Vereinslaboratorium ausgeführt wird.[1])

„Man benötigt zur Ausführung der Methode aufser den allgemein üblichen Hilfsmitteln einer Neusilberschale (Fig. 63) mit flacher Schnauze, welche seiner Zeit von Baumann angegeben worden ist, sowie des in Fig. 64 abgebildeten Apparates.

Der untere Teil desselben, der Kolben *A*, besteht, wie die Figur zeigt, aus zwei durch ein kurzes, etwa 1 cm weites Rohr verbundenen

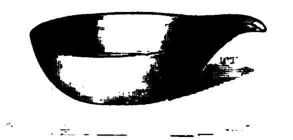


Fig. 63. Neusilberschale zum Abwägen des Rübenbreies.

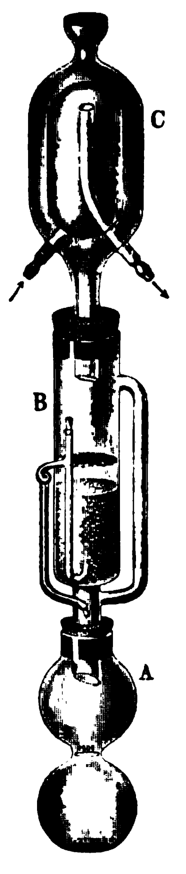


Fig. 64. Extraktionsapparat des Berliner Vereinslaboratoriums.

kugelförmigen Hälften von je nahe 100 ccm Inhalt. An dem Verbindungsstück befindet sich die Marke, bis zu welcher der untere Teil genau 100 ccm $\left(t = \frac{20}{4}\right)$ fafst. Der untere Teil des Kolbens hat den Zweck, das Überschäumen des Alkohols in den Extraktionsapparat zu verhüten, welches bekanntlich sonst sehr häufig grofse Unannehmlichkeiten verursacht.

[1]) Vereinszeitschrift 1901, 334.

Der Extraktionsapparat ist der Müller'sche, welcher gestattet, aus dem seitlich angebrachten, für gewöhnlich mit einem Stopfen verschlossenen Rohre jederzeit eine Probe der Flüssigkeit zu entnehmen. Als Kühler dient ein sehr wirksamer Soxhlet-Kühler aus Glas, welcher von Richter angefertigt wird und dessen kurze Gestalt die Annehmlichkeit hat, dafs der ganze zusammengebaute Apparat nicht so hoch wird, als bei Benutzung der Glaskühler älterer Konstruktion.

Zur Ausübung der Methode werden 26,00 g Rübenbrei in der Neusilberschale abgewogen und sogleich in der Schale mit 3 ccm Bleiessig und einigen Kubikzentimetern 90 prozentigen Alkohols mittelst eines Glasstabes gut durcheinandergemischt. Dann spült man den Inhalt der Schale mit 90 prozentigem Alkohol verlustlos in den Extraktionsapparat *B*, welcher mittelst eines gut aufschliefsenden Korkstopfens mit dem Extraktionskolben *A* verbunden wird. Vor die innere Öffnung des Heberrohrs wird vorher ein rundes Drahtnetz von ca. 3 cm Durchmesser gelegt und der Brei mit Hilfe des Glasstabes locker und gleichmäfsig in dem unteren Teil des Ertraktionsapparates verteilt, der Glasstab danach mit Alkohol abgespült.

Die Menge des Alkohols ist so zu bemessen, dafs der Extraktionskolben etwa zu drei Viertel seines Inhaltes angefüllt ist, wenn alle Flüssigkeit aus *B* durch das Heberrohr nach *A* abgeflossen ist.

Der Apparat wird nunmehr mit dem Rückflufskühler *C* verbunden, an dem Stativ befestigt und die Flüssigkeit in *A* mittelst eines Wasserbades ins Sieden gebracht.

Man wählt ein ziemlich tiefes Wasserbad, so dafs der Kolben *A* genügend weit eintauchen kann, um ein flottes Sieden zu bewirken. Dasselbe mufs so kräftig erfolgen, dafs mindestens alle 5, womöglich alle 3 bis 4 Minuten der Heber des Extraktionsgefäfses in Funktion tritt.

Nach etwa 2 stündiger Extraktion entnimmt man aus dem Heberrohr eine Probe der Auslaugeflüssigkeit und prüft mittelst α-Naphthol auf Zucker in der Weise, dafs man ohne Umschütteln die Ringbildung beobachtet. Zeigt sich an der Berührungsstelle der Flüssigkeit mit der untergeschichteten Schwefelsäure noch der farbige Ring, so wird die Extraktion fortgesetzt, bis eine neue Probe die Reaktion nicht mehr gibt.

Sobald dies Ziel erreicht ist, wird der Apparat auseinandergenommen, der Inhalt des Kolbens auf 20° abgekühlt und mit 90 prozentigem Alkohol zur Marke aufgefüllt, wobei gleichzeitig das Innere der oberen Kugel mit Alkohol abgespült wird. Alsdann wird in bekannter Weise filtriert und polarisiert."

Die erwähnte Prüfung auf Zucker vermittelst der Ihl'schen,[1]) von Müller und Ohlmer[2]) weiter ausgebildeten α-Naphtolreaktion ist nach Thiele[3]) am empfindlichsten, wenn man 0,5 ccm der zu prüfenden Flüssig-



Fig. 65. Extraktionsapparat zur gleichzeitigen Extraktion von 6 Rübenproben.

keit mit 1—2 Tropfen einer 4prozentigen alkoholischen Lösung von α-Naphtol versetzt und sodann vorsichtig mit 1—2 ccm konzentrierter,

---

[1]) Chemikerzeitung 1885, 231.

[2]) Deutsche Zuckerindustrie 1892, No. 12.

[3]) Ebenda 1892, No. 13.

völlig reiner Schwefelsäure unterschichtet, so dafs zwei deutlich getrennte Flüssigkeitsschichten entstehen; sind auch nur ganz geringe Zuckermengen vorhanden, so entsteht an der Berührungsstelle der Schichten ein violetter Ring. Nach den „Beschlüssen der im Dienste der Zuckerindustrie tätigen österreichisch-ungarischen öffentlichen Chemiker" ist die α-Naphtolreaktion am besten in der Art auszuführen, dafs einige Tropfen der Probeflüssigkeit mit destilliertem Wasser in einem Reagenzglase auf 2 ccm verdünnt, mit 2 Tropfen 20 prozentiger alkoholischer α-Naphtollösung gut durchgeschüttelt und schliefslich mit 10 ccm reiner salpetersäurefreier konzentrierter Schwefelsäure unterschichtet werden. Zeigt sich ein violetter Farbenring, so ist noch extrahierbarer Zucker vorhanden.

Zur Ausführung mehrerer gleichzeitiger Bestimmungen benutzt man Apparate, wie ein solcher in Fig. 65 für 6 Extraktionsapparate abgebildet ist. Hier werden sämtliche 100-Kölbchen in demselben Wasserbade erwärmt und ebenso ist eine gemeinschaftliche Kühlvorrichtung vorhanden. Beide Wasserbehälter sind vereinigt und sind so mit einer Vorrichtung versehen, welche den Wasserstand in beiden stets auf gleicher Höhe hält.

2. Die Digestionsmethoden.

Wie schon früher hervorgehoben wurde, unterscheiden sich die Digestionsmethoden dadurch von der Extraktionsmethode, dafs die Zuckerextraktion nicht in einem besonderen Apparate, sondern direkt in dem Mefskolben vorgenommen wird. Wie schon gesagt, ist es immer noch nicht entschieden, ob und unter welchen Umständen diese Methoden überhaupt wissenschaftlich genaue Resultate geben.

Man bringt den Rübenbrei in den Kolben, übergiefst ihn mit dem betreffenden Lösungsmittel (Alkohol oder Wasser), läfst ihn damit eine gewisse Zeit digerieren, klärt, füllt zur Marke auf und filtriert. Die Polarisation des Filtrates ergibt, nachdem noch eine kleine Korrektur für den durch das Rübenmark eingenommenen Raum angebracht ist, den Prozentgehalt der Rübe an Zucker. Wie schon vorher gesagt, mufs das Resultat mit 0,994 multipliziert werden, um den wirklichen Zuckergehalt zu erhalten.

a) Die heifse alkoholische Digestion.

Man bringt das Normalgewicht Rübenbrei in einen 100 ccm-Kolben, dessen Hals zum leichteren Füllen eine Weite von 2—2,5 cm hat (Fig. 66). Der Kolben wird $^3/_4$ mit Alkohol gefüllt, dann setzt man ein etwa 50 cm langes und 8—10 mm weites Glasrohr mittelst eines Gummikorkens als Luftkühler auf, bringt ihn in ein Wasserbad (Fig. 67 und 68) und digeriert bei 75° C. 20 Minuten lang. Alsdann setzt man noch heifs 1—2 ccm Bleiessig zu, füllt unter Umschwenken mit Alkohol bis zur Marke auf und

läfst erkalten. Ist vollends abgekühlt, so stellt man genau auf die Marke ein und verschliefst den Kolben mit einem Gummistopfen. Man läfst nun unter bisweiligem Umschütteln etwa $^1/_2$ Stunde stehen, um die Diffusion des in den Zellen eingeschlossenen Saftes in die umgebende, zuckerärmere Flüssigkeit zu ermöglichen. Bei grobem Brei oder bei einem solchen,



Fig. 66. Digestionskolben. Fig. 67. Apparat zur Digestion.

welcher nicht ganz frei von Schwarten ist, genügt die angegebene Zeit nicht, es kann dann mehr als eine Stunde nötig werden. Es empfiehlt sich, durch Parallelversuche die zur völligen Diffusion erforderliche Zeit zu ermitteln.

Die von dem Brei abfiltrierte Flüssigkeit polarisiert man im 200 mm-Rohr. Durch Multiplikation mit dem Faktor 0,994 erhält man dann den Zuckergehalt der Rüben.

Nach den Beschlüssen[1]) der österreichisch-ungarischen öffentlichen Chemiker führt man die warme alkoholische Digestion folgendermafsen aus:

Das doppelte Normalgewicht (52,1 g oder 52,0 g) wird in einer Neusilberschale abgewogen und mittelst Alkohol von 90—92 Volumprozent verlustlos in einen auf 201,2 ccm geeichten Kolben gespült. Hierauf ver-

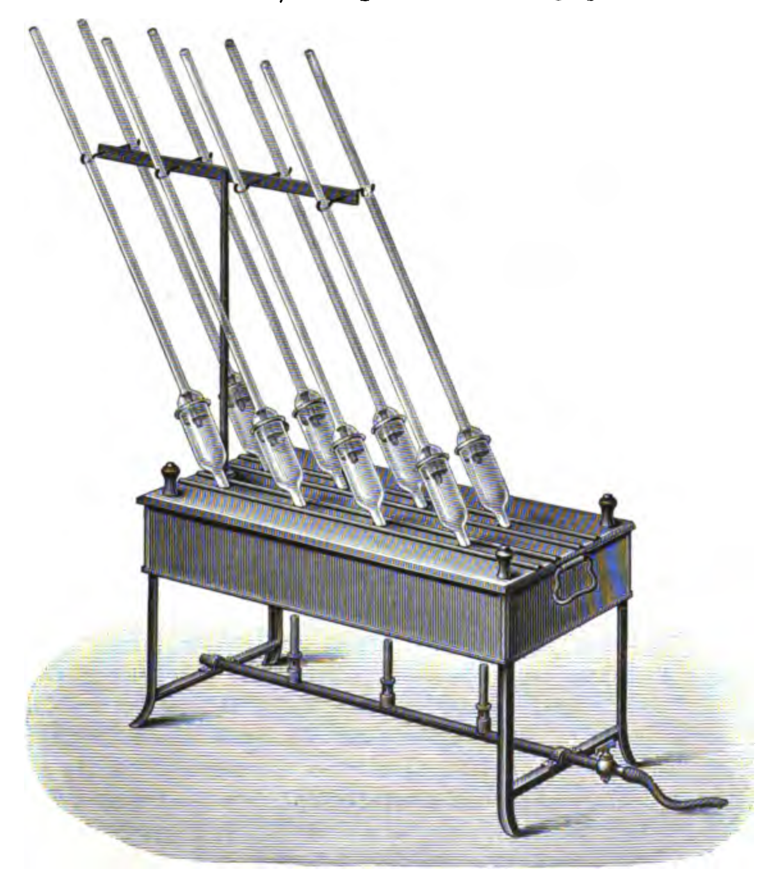


Fig. 68. Apparat zur gleichzeitigen Ausführung von 8 Digestionen.

setzt man mit 4 ccm Bleiessig, schwenkt mehrmals um und fügt dann noch so viel 90—92 prozentigen Alkohol zu, dafs der Kolben zu etwa $^4/_5$ seines Volumens gefüllt ist. Man benutzt hierzu einen Kolben mit trichterförmigem Hals, wie er von Stift[2]) angegeben wurde (Fig. 69). Dieser wird nun mit einem etwa 50 cm langen, unten schräg abgeschliffenen

[1]) Österr.-Ung. Zeitschrift 1897, 509.

[2]) Ebenda 1889, 597.

Kühlrohre von 10 mm lichter Weite versehen. Den ganzen Apparat stellt man in ein bereits vorher zum Kochen gebrachtes Wasserbad ein, und zwar so, dafs er eine schräge Lage einnimmt. Nachdem der Kolbeninhalt zum Kochen gekommen, erhält man noch 20 Minuten in ruhigem Sieden, nimmt dann den Apparat aus dem Wasserbade, spült Stopfen und Kühlrohr mit Alkohol ab und füllt, ohne abzukühlen, mit Alkohol bis nahe an die Marke. Hierauf stellt man den Kolben nochmals in das heifse Wasserbad, bis Blasen im Alkohol aufzusteigen beginnen, kühlt dann auf 17,5° C. ab und stellt mit Alkohol genau zur Marke ein. Nach kräftigem Durchschütteln wird filtriert und im 200 mm-Rohr polarisiert. Man erhält so direkt die Zuckerprozente. Stehen keine auf 201,2 ccm geeichten Kolben zur Verfügung, so kann man auch 200 ccm-Kolben verwenden; in diesem Falle sind jedoch anstatt 52,1 g nur 51,8 g Brei (für Mohr'sche Kubikzentimeter) oder anstatt 52,0 g nur 51,7 g (für wahre Kubikzentimeter) abzuwägen.



Fig. 69. Digestionskolben nach Stift.

b) Die kalte alkoholische Digestion oder Alkoholbrei-Polarisation.[1]

Ist man im Besitze von genügend feinem Brei, wie ihn die Stammer-Suckow'sche Mühle und der Keil-Dolle'sche Bohrer liefern, so kann man die Digestion auch in der Kälte vornehmen. In diesem Falle füllt man dann sofort unter Bleiessigzusatz zur Marke auf (52,1 g oder 52,0 g Brei auf 201,2 ccm). Der Kolben wird mit einem Gummistopfen verschlossen und bleibt dann einige Zeit unter öfterem Umschütteln in der Kälte stehen. Hier richtet sich die Digestionsdauer ganz nach der Reinheit und Feinheit des Breies; sie ist aber in höherem Grade als bei der heifsen Digestion von der Beschaffenheit der Rüben insofern abhängig, als verholzte und unreife Zellen die Diffusion des Saftes in der Kälte mehr als bei der Siedehitze erschweren.

c) Die heifse wässerige Digestion.

Diese von Pellet angegebene Digestionsmethode wird nach den oben erwähnten Beschlüssen in der Herles'schen Modifikation ausgeführt:[2]

---

[1]) Vereinszeitschrift 1883, 206; 1884, 73. Stammer, Lehrbuch der Zuckerfabrikation, 2. Aufl., 133.

[2]) Österr.-Ungar. Zeitschr 1897, 510.

Es wird auf je 100 ccm Kolbeninhalt das halbe Normalgewicht Brei abgewogen (am besten 52,1 g oder 52,0 auf 100 ccm) und mit heifsem Wasser, dessen Temperatur nicht unter 90° C. sinken darf, in den Kolben gespült; nach Zusatz von Bleiessig (4 bis 5 ccm auf das Normalgewicht) füllt man mit heifsem Wasser bis zur Marke auf, schüttelt gut durch und läfst den Kolben ruhig stehen; nach halbstündiger Digestion wird abgekühlt, zur Marke aufgefüllt, filtriert und polarisiert. Der verdoppelte Befund mit 0,994 multipliziert ergibt die Zuckerprozente. Diese Multiplikation entfällt, wenn man Kolben benutzt, deren Marke so angebracht ist, dafs der vom Rübenmarkte eingenommene Raum von vornherein gebührend berücksichtigt erscheint.[1])

d) Die kalte wässerige Digestion.

Die beste Modifikation der von Pellet angegebenen kalten wässerigen Digestion ist die von Fr. Sachs[2]) vorgeschlagene. Der von L. Docte angegebene Apparat gestattet die schnelle Ausführung einer grofsen Anzahl von Rübenanalysen in äufserst zweckmäfsiger Weise. Man wägt das Normalgewicht feinen Rübenbreies (vermittelst der Keil-Dolle'schen Reibe hergestellt) in einer zylinderförmigen, glattrandigen, mit flachem Boden versehenen Schale aus verzinntem Kupfer ab, setzt aus der besonders konstruierten Pipette 177 ccm Wasser (inkl. 5 ccm Bleiessig, Wasser mit Bleiessig im Verhältnis 30 bis 35 : 1 gemischt) hinzu und schüttelt nach Auflegen einer passenden, mit Kautschuk überzogenen und etwas eingefetteten Glasscheibe tüchtig durch, indem man die Schale mit beiden Händen anfafst, während die beiden Daumen den Deckel festhalten. Binnen drei Minuten ist die Lösung beendet; man filtriert und polarisiert nach Zusatz von 2 Tropfen Essigsäure im 400 mm-Rohre.

Bei der kalten wässerigen Digestion erschwert häufig das Auftreten sehr zahlreicher Luftbläschen das Einstellen zur Marke. Wenn das Zutröpfeln von Alkohol oder Äther nicht hilft, so mufs man die gefüllten Kölbchen einige Zeit in einen Schrank stellen, in dem man ein Vakuum erzeugt. Die Luftbläschen steigen dann an die Oberfläche der Flüssigkeit und bilden dort Schaum, welcher durch etwas Äther beseitigt werden kann.

Bei der Rübenübernahme oder bei der Auswahl der Rüben für *Samenzucht* begnügt man sich häufig mit richtig ermittelten Grenzwerten und fordert keine absolut richtigen Resultate. Es handelt sich dabei fast

---

[1]) Nach Rapp nimmt das Mark vom Normalgewicht Rübenbrei den Raum von 0,6 ccm ein; will man aber die Multiplikation mit 0,994 vermeiden, so wendet man Kolben von 100,6, 201,2, 402,4 ccm Inhalt an.

[2]) Bull. Ass. Chim. 14, 1896, 377.

immer um Massenanalysen. Hier ist die kalte wässerige Digestion am richtigen Platze. Da den Samenrüben, um sie nicht zu schädigen, nur ein geringer Anteil entnommen werden darf, wendet man hier die Keil- und Dolle'sche Samenrüben-Bohrmaschine an; so nimmt man zur Untersuchung nur $^1/_4$ des Normalgewichtes Brei und Pipetten von 44,25 ccm Inhalt. Sehr praktisch ist hier die Pellet'sche Durchflufsröhre (siehe S. 67).

Einen sehr bequemen Apparat zur Rübenuntersuchung hat F. Krüger konstruiert, welcher seine Methode und die Anwendung des Apparates folgendermafsen beschreibt:[1])

„Ich gehe aus von der Voraussetzung, dafs der durchschnittliche Saftgehalt der Rübe 95 Prozent ist (also 5 Prozent Mark), dann enthält das Normalgewicht von 26,048 g Brei 0,95 . 26,048 = 24,745 g Saft, welcher bei Annahme von 17° Brix = 1,07 spezifischem Gewicht einen Raum einnimmt von

$$\frac{24,745}{1,07} = 23,12 \text{ ccm.}$$

Da die Polarisationsmethode auf der Voraussetzung beruht, dafs 26,048 g der zu polarisierenden Substanz in 100 ccm Flüssigkeit gelöst sein müssen, da aber nur 23,12 ccm Flüssigkeit (Saft) vorhanden sind, so ist das an 100 ccm Fehlende als Wasser hinzuzufügen. Es fehlen 100 — 23,12 = 76,88 ccm, also sind zu 26,048 g Brei 76,88 ccm Wasser zuzusetzen.

Es besteht demnach ein Verhältnis von 76,88 ccm Wasser zu 26,048 g Brei oder wie 2,951 : 1. Annähernd dasselbe Resultat hat auch Sachs angenommen, nämlich rund 77 g Wasser zu 26,048 g Brei = 2,956 : 1. Wallawsky nimmt ein Verhältnis von 3 : 1 an.

Mag man nun das Verhältnis 2,951 oder 2,956 oder mit Wallawsky 3 für richtig halten, immer wird auf ein bestimmtes Breigewicht ein bestimmtes Wasservolumen genommen und man hat nicht nötig, das Normalgewicht 26,048 g Brei abzuwägen, sondern man mischt Wasser mit Brei in einem bestimmten Verhältnis. Ich bin nun der Ansicht, dafs das Verhältnis 3 — 1, wenn auch theoretisch vielleicht nicht ganz richtig, doch praktisch richtiger ist, weil bei Innehaltung dieses Verhältnisses gewisse Fehler wenigstens teilweise kompensiert werden, welche wir bei Herstellung der Breiproben begehen. Bei Herstellung der Breiproben mit dem Bohrer von Keil & Dolle wird ein zylindrisches Stück aus den Rüben herausgebohrt. Bohrt man die Rübe senkrecht oder in einem Winkel zur Rübenachse an, so erhält man von der Epidermis, die ja zuckerarm ist, verhältnismäfsig zu wenig, ebenso erhält man von dem der Rübe anhängenden Schmutz und Wasser zu wenig in die Probe hinein. Ähnliche Fehler entstehen, wenn man die Rübe in der Richtung ihrer Achse anbohrt. Die

[1]) Deutsche Zuckerindustrie 1896, 2434.



Probe fällt aus diesem und noch anderen Gründen stets zu zuckerreich aus und das Polarisationsergebnis ist zu günstig. Wendet man beim Vorbereiten der Polarisationsproben auf 1 g Rübenbrei 3 ccm Wasser an (anstatt der berechneten 2,951 ccm), so wird dieser Fehler teilweise ausgeglichen.

Auf Grund dieser Erwägungen habe ich die Verwendung des Normalgewichtes 26,048 g an Brei ganz aufgegeben. Ich verwende ein bestimmtes, in einem dazu konstruierten Mefsapparat (Fig. 70) abgemessenes Wasservolumen und wiege den dritten Teil des Wassergewichtes an Brei ab (auf 3 ccm resp. g Wasser 1 g Brei). Der zum Wasserabmessen nötige Apparat gestaltet sich dann sehr einfach. Eine Pipette von beliebigem Inhalt hat am oberen und unteren Ende je einen Glashahn mit ⊢Bohrung (sogenannter Dreiweghahn).

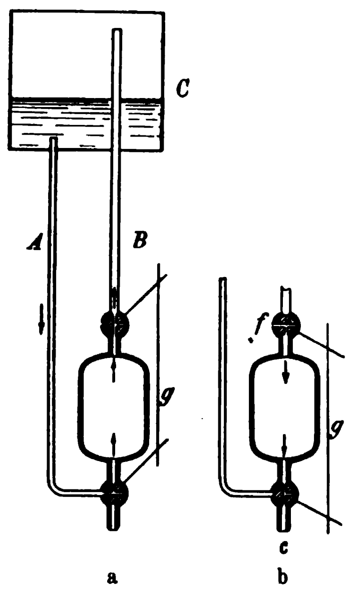


Fig. 70. Apparat zur Rübenuntersuchung nach F. Krüger.

Beide Hähne sind durch eine Verbindungsstange von Draht *g* derart gekuppelt, dafs die Drehung des einen Hahnes auch die Drehung des anderen Hahnes mitbewirkt. Es ist schwierig, eine solche, an beiden Enden mit Hähnen geschlossene Pipette für einen genauen gewünschten Inhalt herzustellen, darum begnüge ich mich mit Innehaltung eines ungefähren Volumens, etwa 70 bis 80 ccm.

Angenommen, die Pipette fafst 78,5 ccm (durch Abwägen oder Ausmessung ermittelt), so verwende ich dazu $\frac{78,5}{3} = 26,166$ g Brei. Man sieht, zu jeder Pipette gehört ein bestimmtes Breigewicht. Ich gebrauche ein durch Schrotfüllung veränderliches Gewichtsstück. Der untere Hahn der Pipette ist durch Glasrohr mit dem Gefäfs *C* verbunden. In diesem Gefäfs befindet sich das Wasser, welchem der nötige Bleiessig gleich zugesetzt ist und zwar im Verhältnis 9 Teile Wasser auf 1 Teil Bleiessig. Der obere Hahn der Pipette ist mit einer Glasrohrleitung *B* verbunden, welche durch den Boden des Behälters *C* hindurchgeht und über das Niveau des Bleiwassers herausragt. Die Ruhestellung des Apparates ist die in Fig. 70a angegebene. Der Hahnhebel ist nach oben gestellt bis an die obere Hubbegrenzung *g*. Die Hahnkommunikation ist nun folgende: Vom Behälter *C* ist Bleiwasser durch Rohr *A* und den unteren Hahn in die

Pipette getreten. Die darin vorhanden gewesene Luft ist durch den oberen Hahn und Rohr *B* abgeleitet. Die Pipette ist übervoll mit Bleiwasser gefüllt, da dies im Rohr *B* ebenso hoch steht, als das Niveau im Behälter *C* ist.

Will ich Bleiwasser entnehmen, so habe ich nur nötig, den Hahnhebel nach unten zu ziehen (Fig. 70 b). Der obere Hahn ist nun nicht mehr mit Rohr *A* verbunden, sondern kommunisiert durch das Loch *f* mit der äufseren Luft; der untere Hahn stellt nun eine Kommunikation der Pipette mit Ausflufsstutzen *c* her, das Bleiwasser läuft also ab in einen untergestellten Zylinder von Blech, in welchem sich der gewogene Brei befindet. Nach dem Ablaufen bringt man den Apparat wieder in die Stellung (Fig. 70 a) durch Hochziehen des Hahnhebels, worauf sich die Pipette ohne jede weitere Beaufsichtigung wieder füllt, denn voll werden mufs sie und überlaufen kann sie nicht.

Man ist also jederzeit in der Lage, ohne erst die Füllung abwarten zu müssen, ein genau abgemessenes Volumen Bleiessig zu entnehmen, indem man einfach den Hahnhebel herunterzieht und ihn nach dem Ablaufen wieder hochzieht.

Täglich einmal wird die Pipette durch Hineinziehen von Essigsäure gereinigt.

Der Apparat ist bei A. Primavesi in Magdeburg zu haben.

Die zur Aufnahme des Breies + Bleiwasser dienenden Blechzylinder sind aus Nickelblech solig gestanzt, mit flachem Boden ohne Ecken, also bequem zu reinigen. Sie sind durch Auflöten kleiner Kupferscheiben alle auf gleiches Gewicht gebracht, welchem ein ebenso schweres Taragewicht das Gleichgewicht hält."

Mit einem Apparate können mit Leichtigkeit 300 und mehr Rübenuntersuchungen täglich ausgeführt werden.

Die Untersuchung der ausgelaugten Schnitzel.

In den ausgelaugten Schnitzeln kann die Bestimmung des Zuckergehaltes nach irgend einer der soeben beschriebenen Methoden erfolgen. Die Schnitzel werden zu diesem Zwecke mit der Hackmaschine oder der Schnitzelmühle zerkleinert. Im allgemeinen genügt für die tägliche Betriebskontrolle die Untersuchung des aus den zerkleinerten Schnitzeln ausgeprefsten Saftes. Bei den in Betracht kommenden geringen Zuckermengen sind die Differenzen im Mark- bezw. Saftgehalt zu vernachlässigen. Man setzt dem Saft tropfenweise so viel Bleiessig zu, bis der Niederschlag flockig wird, und filtriert. Die ermittelte Polarisation durch 4 dividiert gibt den Zuckergehalt.



Vermutet man die Anwesenheit optisch aktiven Nichtzuckers, so bringt man das Normalgewicht Saft (oder etwa 26 ccm) in einen 100 ccm-Kolben, vermischt mit starkem Alkohol, setzt 4—5 Tropfen Bleiessig zu und füllt mit Alkohol zur Marke. Die Polarisation des Filtrates gibt direkt den Zuckergehalt.[1])

Untersuchung der ausgelaugten Schnitzel auf optisch aktive Nichtzuckerstoffe.

Die für die regelrechte Führung des Diffusionsbetriebes wichtige Frage, ob die Polarisation der ausgelaugten Schnitzel allein von Zucker oder zum gröfseren Teile von optisch aktivem Nichtzucker herrührt, läfst sich auf folgende Weise schnell und mit den in jedem Fabrikslaboratorium vorhandenen Mitteln entscheiden. Man versetzt die aus den zerkleinerten Schnitzeln ausgeprefste Flüssigkeit mit so viel Bleiessig, dafs sie sich gut filtrieren läfst, polarisiert das Filtrat und erhält durch Division mit 4 die direkte Polarisation P. Ferner bringt man von dem Filtrat 75 ccm in einen 100 ccm-Kolben, versetzt mit 5 ccm konzentrierter Salzsäure und invertiert wie üblich; doch genügt es in diesem Falle auch, den Kolben 10—15 Minuten lang unter öfterem Umschwenken in dem auf 70° C. angeheizten Wasserbade zu belassen. Nach dem Erkalten füllt man zur Marke und polarisiert ohne besondere Vorsichtsmafsregeln in einem gewöhnlichen Glasrohr ohne Kühlmantel. Der Drehungsbetrag durch 3 dividiert gibt die Inversions-Polarisation J. Den wahren Zuckergehalt des Prefswassers berechnet man aus der Formel

$$Z = \frac{100 \, . \, S}{130},$$

worin S die Summe von direkter und Inversions-Polarisation $P + J$ ist, vorausgesetzt, dafs sich nach der Inversion Linksdrehung ergab, dagegen die Differenz, falls auch nach der Inversion die Flüssigkeit noch Rechtsdrehung zeigte.

Dieses vereinfachte Verfahren bei der Inversions-Polarisation darf natürlich nur bei so zuckerarmen Flüssigkeiten, wie den in Rede stehenden, angewandt werden.

Bestimmung des Saft- bezw. Markgehaltes der Rübe.

Unter *Rübensaft* versteht man den wässerigen Zelleninhalt (ungefähr 95—96 Prozent des Rübengewichtes) der Rübe; mit *Mark* bezeichnet man

---

[1]) Baumann, Korrespondenzblatt 1894, No. 17.

[2]) Korrespondenzblatt 1892, No. 4, pag. 52.

die in Wasser unlöslichen festen Bestandteile derselben, welche getrocknet ungefähr 4—5 Prozent des Rübengewichtes betragen.

Soll der Saftgehalt einer Rübenprobe ermittelt werden, so geschieht dies am besten indirekt durch die Bestimmung des Markgehaltes.

Zur Ausführung der Untersuchung bringt man 20 g des möglichst feinen Rübenbreies in ein geräumiges, 500—600 ccm fassendes Becherglas, giefst 400 ccm Wasser darüber, läfst unter Umrühren $^1/_2$ Stunde stehen, worauf die dunkel gefärbte überstehende Flüssigkeit vermittelst eines Filzfilters abgesaugt wird. Dieses Filzfilter, wie es in Fig. 71 *a* abgebildet ist, besteht aus einer an dem einen Ende auf 15 mm trichterförmig erweiterten Saugröhre. Die Erweiterung ist mit einem eng anschliefsenden Stopfen von Klavierfilz verschlossen. Die Saugröhre verbindet man durch einen starkwandigen Gummischlauch mit einer als Vorlage zu benutzenden Flasche (Fig. 71 *b*), welche durch das zweite Rohr mit

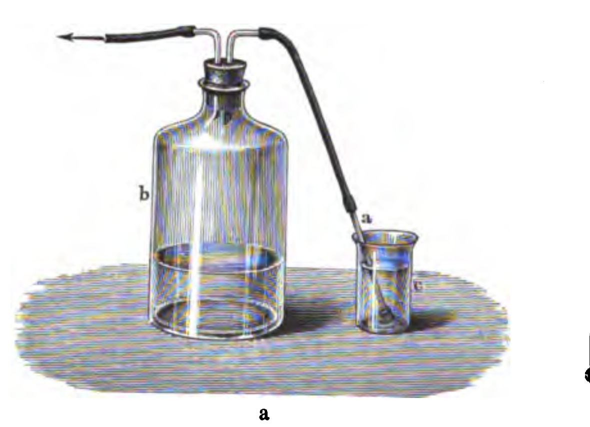




Fig. 71. a Apparat zur Bestimmung des Markgehaltes. — b Filzfilter-Saugröhre.

einer Wasserstrahlluftpumpe in Verbindung steht. Läfst man nun die Saugröhre in die im Becherglase (Fig. 71 *c*) befindliche Flüssigkeit eintauchen und saugt einen kräftigen Luftstrom durch den ganzen Apparat, so filtriert der verdünnte Rübensaft durch den Filz in die Flasche *b*. Erscheint der Rückstand im Becherglase genügend wasserfrei, so unterbricht man die Schlauchverbindung der Saugröhre mit der Flasche, giefst neues Wasser auf und wiederholt dies so oft, bis der Rückstand keine weiteren löslichen Stoffe an das Wasser abgibt, d. h. völlig ausgelaugt ist.

Hierauf bringt man den Rückstand verlustlos auf ein bei 105 bis 110° C. getrocknetes und gewogenes aschenarmes Filter, wobei zu beachten

ist, dafs das Filzfilter der Saugröhre sorgfältigst abgespült wird, wäscht mit heifsem Wasser nach, verdrängt das Wasser durch Alkohol und letzteren mit Äther, worauf das Filter im Wägegläschen (Fig. 72) zuerst bei gelinder Temperatur (50 bis 60°), sodann bei 100 bis 105° getrocknet wird. Ist das Filter absolut trocken (man überzeuge sich durch zwei Wägungen), so erhält man durch Subtraktion der Gewichte (Wägegläschen + Filter + Rückstand — Wägegläschen + leeres Filter) den Gesamttrockenrückstand.



Fig. 72. Wägegläschen.

Das Filter + Gesamtrückstand wird nun in einem vorher gewogenen Platintiegel verascht und das Gewicht der Asche von dem Gesamtrückstand in Abzug gebracht. Der auf diese Weise ermittelte Markgehalt von 20 g Rübenbrei wird mit 5 multipliziert, um die gesuchten Prozente zu erhalten. Die Differenz der Markprozente von Hundert gibt den Saftgehalt der Rübe in Prozenten an.

Beispiel. Es gelangten zur Auslaugung 20 g Rübenbrei.

Nach dem Trocknen wogen Wägegläschen + Filter + Rückstand	38,7682 g
Wägegläschen + Filter	37,9051 „
Gesamtrückstand	0,8631 g.

Durch das Veraschen des Filters ergaben sich 0,0037 g Asche, welcher Betrag vom Gesamtrückstande abgezogen werden mufs:

$$\begin{array}{r} 0,8631 \\ -\,0,0037 \\ \hline 0,8594, \end{array}$$

um reine Marksubstanz zu erhalten.

Durch Multiplikation mit 5 ergibt sich dann der Prozentgehalt des Markes:

$$0,8595 \,.\, 5 = 4,297\,^0/_0.$$

In dem untersuchten Rübenbrei sind also enthalten:

$$\begin{array}{rl} 4,297\,^0/_0 & \text{Mark,} \\ 95,703\ \ „ & \text{Saft,} \\ \hline 100,000\,^0/_0. & \end{array}$$

Zu dieser Bestimmung ist noch folgendes zu bemerken: Nach dem Trocknen des Filters darf sich kein gefärbter, noch viel weniger ein klebriger Rand im Filtrat zeigen. Ist dies dennoch der Fall, so ist es

nur ein Beweis dafür, dafs das Filter nicht genügend ausgewaschen ist. Man mufs dann das Auswaschen eben noch einmal vornehmen.

Dem Saftgehalte ist jedoch absolut nicht die Bedeutung und Wichtigkeit zuzuschreiben, welche ihm von noch sehr vielen beigelegt wird. Die Löslichkeit der sogenannten festen Bestandteile in der Rübe hängt erfahrungsgemäfs von sehr vielen Faktoren ab; aufserdem findet sich das Mark der Rübe in derselben ja nicht als wasserfreies Mark, sondern als Hydrat. Was wir also mit obiger Methode als Mark bestimmen, so hängt das Resultat dieser Bestimmung von sehr vielen Zufälligkeiten ab und gestattet keinen absolut zuverlässigen Schlufs auf die wirkliche Saftmenge in der Rübe.

Bestimmung des Wassergehaltes.

Zur Bestimmung des Wassergehaltes der Rübe verfährt man genau in derselben Weise, wie es bei der Bestimmung des Wassergehaltes des Zuckers beschrieben wurde (S. 141).

In einer mit Sand beschickten, getrockneten und gewogenen Trockenschale mit Glasstäbchen wägt man 10 g frischen Rübenbrei schnell ab, mischt mit dem Glasstäbchen gut durch und trocknet zuerst bei mäfsiger Wärme, 50 bis 60° C., und darauf bei 105 bis 110° bis zu konstantem Gewicht. Die Differenz der so ermittelten Trockensubstanz von 100 wird als Wassergehalt angegeben.

Beispiel. Zur Analyse gelangten 10 g feiner Rübenbrei.

Trockenschälchen + Trockensubstanz .	= 51,8973 g
Trockenschälchen	= 50,0000 „
	= 1,8973 g.

Hieraus ergibt sich:

Trockensubstanz	= 18,973 g
Wasser	= 81,026 „
	= 100,000 %.

Bestimmung des Invertzuckergehaltes in der Rübe nach Claafsen.[1]

Die Bestimmung des Invertzuckergehaltes in der Rübe nach der Claafsen'schen Vorschrift beruht auf der titrimetrischen Invertzuckerbestimmung nach Soxhlet und gestaltet sich folgendermafsen:

[1]) Deutsche Zuckerindustrie 1893, 337, und Zentralblatt f. d. Zuckerindustrie d. W. 1896. 83.



110 g fein gehackte oder geschliffene Schnitzel oder Rübenbrei versetzt man in einem $^1/_2$ Liter-Kolben mit 10 bis 15 ccm Bleiessig, 2 g gefälltem kohlensauren Kalk und einer entsprechenden Menge Wasser und digeriert etwa eine Stunde auf dem Wasserbade. Nachdem auf Normaltemperatur abgekühlt ist, wird zur Marke aufgefüllt und nach dem Umschütteln der ziemlich klare, nur ganz schwach sauer reagierende Saft abgegossen. Von diesem Safte werden 100 ccm mit so viel Bleiessig, als zur völligen Klärung gerade nötig ist, versetzt, zu 110 ccm aufgefüllt und filtriert. Von diesem Filtrate werden wiederum 100 ccm mit Sodalösung zur Ausfällung des Bleies versetzt und auf 200 ccm mit Wasser verdünnt, filtriert und 100 ccm des Filtrates, welche 10 g Rübenbrei entsprechen, zur Titration mit Fehling'scher Lösung benutzt.

Der Titer der Kupferlösung wird zunächst in der Weise festgestellt, dafs man zu 10 ccm derselben, welche zum Sieden erhitzt sind, eine auf S. 112 angegebene 0,2 prozentige Invertzuckerlösung bei Gegenwart von 1,5 g Rohrzucker (dem durchschnittlichen Gehalt an Rohrzucker in 10 g Rüben) bis zur völligen Beendigung der Reaktion (Blutlaugensalzprobe) hinzufliefsen läfst. (Über die Ausführung der Titerstellung siehe S. 112.)

Ist nun der Titer der Kupferlösung bekannt, so erfolgt die Ausführung der Untersuchung so, dafs die oben erhaltenen 100 ccm Lösung mit 10 ccm Fehling'scher Lösung 2 Minuten gekocht werden und dann mit der Invertzuckerlösung titriert werden, bis sich das Filtrat bei der Prüfung mit gelbem Blutlaugensalz und Essigsäure als kupferfrei erweist. Wie schon bei der Beschreibung der Soxhlet'schen Methode erwähnt wurde, benutzt man zur Erkennung der Endreaktion am bequemsten das Tupfreaktionspapier von Schleicher & Schüll in Düren.

Die Differenz zwischen den für die Titerstellung und den für die Untersuchung verbrauchten Kubikzentimetern Invertzuckerlösung wird mit 0,002 multipliziert, um den Invertzuckergehalt für 10 g Rüben zu erhalten; durch Multiplikation mit 10 ergibt sich dann direkt der Prozentgehalt.

Saftuntersuchungen.

a) Rüben-Rohsäfte, Dünnsäfte.

Ist es nicht möglich, die Saftproben in frischem Zustande zu untersuchen, wie es bei Durchschnittsproben fast stets der Fall sein wird, so mufs der Saft zur Vermeidung von Zersetzungen mit einer geringen Menge Quecksilbersublimat versetzt werden. Hierzu genügen sehr geringe Mengen des Quecksilbersalzes, meist $^{1}/_{10000}$ des Saftes. Nach den Untersuchungen Courtonne's ergibt sich, dafs Diffusionssaft, mit $^{2}/_{1000}$ Sublimat versetzt, 40 Tage und länger unzersetzt haltbar ist. Durch den Zusatz des Salzes tritt keine Veränderung des Volumens ein, ebenso wirkt es nicht auf die Zusammensetzung des Saftes ein, so dafs also sämtliche Bestimmungen ohne weiteres direkt mit dem so konservierten Safte ausgeführt werden können.

Wendet man das Sublimat als Konservierungsmittel an, so ist stets daran zu denken, dafs man es mit einem äufserst giftigen Stoffe zu tun hat, und ist in jeder Beziehung Vorsicht geboten.

Zur Konservierung von Säften ist auch Bleiessig in Vorschlag gebracht worden, doch ist hiermit stets eine Volumenveränderung verbunden; die Menge desselben mufs stets bei allen Untersuchungen mit in Rechnung gezogen werden.

Die Untersuchung des Rübensaftes wird stets von der Art und Weise der Gewinnung desselben beeinflufst werden. Stellt man sich Saft durch Pressung von Rübenbrei her, so werden die Resultate der Untersuchung genau der verschiedenen Stärke der Pressung und der mehr oder weniger grofsen Feinheit des Rübenbreies entsprechen.

Will man wirklich untereinander gut vergleichbare Zahlen erhalten, so ist die Hauptbedingung dafür, dafs man stets einen gleichmäfsigen Rübenbrei herstellt und denselben stets unter demselben Drucke ausprefst.

Zur Pressung benutzt man mit Vorteil eine mit Manometer und Druckregelung versehene hydraulische Presse, wie sie in Fig. 73 abgebildet ist. Die Presse ist von der Firma Wegelin & Hübner ausgeführt. Der mit dem Prefsgut beschickte Prefsbeutel wird in einen Siebzylinder gebracht, worauf der erste Druck vermittelst der Schraubenspindel gegeben

wird. Der weitere stärkere Druck wird vermittelst einer hydraulischen Pumpe gegeben, welche durch die wagerecht liegende Spindel in Betrieb gesetzt wird. Auf diese Weise kann das Prefsgut unter einem bis zu 300 Atmosphären gehenden Druck ausgeprefst werden.



Fig. 73. Hydraulische Presse.

Die sämtlichen Prefssäfte, welche je nach dem Stadium der Pressung erheblich voneinander abweichen, werden vereinigt, gut durchgemischt, wobei allzu starke Schaumbildung zu vermeiden ist, und zur Entfernung der suspendierten Fasern (Pülpe) durch ein feines Messingsieb gegossen. Soll der Saft nicht sogleich verarbeitet werden, so empfiehlt sich eine Konservierung desselben in oben angegebener Weise.

Bestimmung des spezifischen Gewichtes.

Je nachdem das spezifische Gewicht der Säfte mit geringerer oder gröfserer Genauigkeit ermittelt werden soll, benutzt man dazu

1. Aräometer,
2. die hydrostatische Wage von Mohr-Westphal oder
3. Pyknometer.

Die Ausführungen der Bestimmungen sind bereits auf den S. 71—112 so ausführlich behandelt worden, dafs hier nur darauf hingewiesen zu werden braucht. Die am einfachsten ausführbare Methode ist die vermittelst des Aräometers, sie erfordert aber gröfsere Mengen Saft. Hat man nur geringe Saftmengen zur Verfügung, so empfiehlt es sich, stets das Pyknometer zu benutzen, da dies die unbedingt genauesten Resultate liefert.

Da Rübenrohsäfte ausnahmslos mit unzähligen feinen Luftbläschen durchsetzt sind, so müssen dieselben zuerst entlüftet werden. Dies geschieht am einfachsten so, dafs man den durch ein Drahtsieb filtrierten Saft in eine Flasche giefst, welche am Boden tubuliert ist (der Tubus ist

mit einem Glashahn verschlossen) und nun vermittelst einer Wasserstrahlluftpumpe die Luft aus dem Safte pumpt. In sehr kurzer Zeit sammeln sich sämtliche Luftbläschen auf der Oberfläche des Saftes zu einem dichten Schaum, worauf man nach dem Abstellen der Pumpe durch Unterbrechung der Schlauchverbindung den luftfreien Saft abziehen kann.

Einen sehr praktischen Entluftungsapparat hat Dr. Brumme konstruiert[1]) (Fig. 74). Dieser Rübensaftentlüfter besteht aus einem Glaszylinder von ca. 2 l Inhalt und ist, wie aus der Figur ersichtlich, bequem und verstellbar auf einem eisernen Stativ montiert. Der obere Glashahn ist eingeschliffen und wird durch Spiralfedern und Klemmen am Zylinder festgehalten; der untere Glashahn ist fest mit dem Apparat verbunden (Fig. 74). Der obere Zweiweghahn hat zwei Rohransätze, von denen der vertikal stehende mit der in jedem Laboratorium vorhandenen Leitung nach der Luftpumpe resp. Verdampfapparat mittelst eines beweglichen starkwandigen Gummi-Spiralfederschlauches verbunden wird.



Fig. 74. Entluftungsapparat nach Brumme.

Der horizontal stehende Rohransatz dient zum Einblasen von Luft resp. von Auswaschflüssigkeit in den Zylinder (Wasser resp. Chromsäure usw.). Der untere Glashahn von 10 mm lichter Weite dient zum Einziehen des Rübensaftes in den Zylinder, nachdem dieser luftleer gemacht ist. Die Handhabung ist ohne weiteres verständlich. Ist der Rübensaft aus der unter den unteren Glashahn gehaltenen Schale langsam in den Zylinder eingezogen, was man bequem an dem oberen Hahne reguliert, so genügt eine Zeitdauer von ca. 5 Minuten, um sämtliche latente und freie Luft im Safte hochsteigen zu lassen. Der Saft nimmt eine dunklere Färbung an; die Verbindung nach der Luftpumpe wird unterbrochen, diejenige mit der äufseren Luft durch Drehung des oberen Zweiweghahnes um 90° hergestellt und alsdann der entluftete Saft durch den unteren Hahn in das entsprechende Gefäfs abgelassen.

Die Reinigung des Zylinders ist eine sehr bequeme, da derselbe in seiner Stellung verbleibt. Sie wird vollzogen, indem man in den evakuierten

[1]) Österreichische Chemikerzeitung 1898, 314.

Zylinder vermittelst eines mit dem horizontalen Rohransatz des oberen Hahnes verbundenen Gummischlauches Wasser oder andere zweckentsprechende Flüssigkeiten einzieht.

Bestimmung des Zuckergehaltes.

1. *Gewichtsmethode.* Zur Ermittelung des Zuckergehaltes eines Saftes wägt man das Normalgewicht desselben ab, bringt es verlustlos in ein 100 ccm-Kölbchen und versetzt mit Bleiessig. Mit dem Zusatz des Bleiessigs erreicht man nicht nur eine Klärung der Polarisationsflüssigkeit, sondern fällt aus derselben auch zugleich optisch aktive Nichtzuckerstoffe aus. Mit dem Zusatz des Bleiessigs ist vorsichtig zu verfahren, man vermeidet am besten einen Überschufs desselben. Man erkennt die Beendigung der Ausfällung daran, dafs ein weiterer Tropfen Bleiessig keine Fällung mehr bewirkt. Nun füllt man genau bis zur Marke auf, schüttelt kräftig durch, filtriert und polarisiert in der bekannten Weise.

Liegen sehr zuckerarme Säfte oder Flüssigkeiten zur Untersuchung vor, so kann man das doppelte oder auch dreifache Normalgewicht abwiegen. Die sich ergebende Polarisation mufs dann aber durch 2 resp. 3 dividiert werden, um die gesuchten Prozente zu erhalten.

2. *Mafsmethode.* Bei der Benutzung der Mafsmethode, welche in diesem Falle wohl allgemein der Gewichtsmethode vorgezogen wird, ist zu gleicher Zeit auch die Bestimmung des spezifischen Gewichtes des Saftes erforderlich. Letzteres geschieht nach einer der vorhin erwähnten Methoden. Man kann auch das spezifische Gewicht des Saftes direkt im Polarisationskölbchen bestimmen, indem man dasselbe in trockenem Zustande genau tariert, dann sorgfältig bis zur Marke füllt und wiederum wiegt. Nach der auf S. 89 angegebenen Formel läfst sich dann das spezifische Gewicht des Saftes berechnen.

Nachdem also genau zur Marke aufgefüllt ist, wird die innere Wandung des Kolbenhalses sorgfältig mit einer Rolle aus Filtrierpapier ausgewischt, um alle Spuren etwa anhaftender Flüssigkeit zu entfernen. Darauf fügt man $^1/_{10}$ des abgemessenen Volumens (bei 50 ccm 5 ccm, bei 100 ccm 10 ccm) Bleiessig hinzu. Die für diese Mafsmethode allgemein benutzten Mefskolben sind am Halse mit 2 Marken versehen, wodurch das Abmessen der Flüssigkeiten bedeutend vereinfacht wird.

Durch den Zusatz von Bleiessig, welcher natürlich je nach der Reinheit der zu untersuchenden Flüssigkeit auch weniger betragen kann — man

füllt dann den Rest mit Wasser auf —, wird das Volumen des Saftes um $^1/_{10}$ vermehrt, d. h. man wird bei der Polarisation der Lösungen um $^1/_{10}$ zu niedrige Werte erhalten. Um also den wahren Zuckergehalt zu ermitteln, mufs das Polarisationsresultat um $^1/_{10}$ seines Betrages vergröfsert werden.

Selbstverständlich mufs auch die Einstellung der Flüssigkeit auf die zweite Marke mit der allergröfsten Genauigkeit erfolgen. Ist dies geschehen, so verschliefst man das Kölbchen, schüttelt den Inhalt desselben kräftig durch, filtriert und polarisiert, wie schon früher angegeben.

Handelt es sich um die Untersuchung von Rübensäften, so läfst man die mit Bleiessig versetzte und durchgeschüttelte Polarisationsflüssigkeit wenigstens 10 bis 15 Minuten ruhig stehen, worauf dann filtriert wird. Versäumt man diese kleine Vorsichtsmafsregel, so scheiden sich sehr häufig aus dem klaren Filtrate sich färbende Substanzen aus.

Das Resultat des um $^1/_{10}$ vergröfserten Polarisationsergebnisses wird dann noch mit 0,26 bei wahren oder 0,26048 bei Mohr'schen Kubikzentimetern multipliziert, um Volumprozente Zucker zu erhalten, und letzterer Betrag durch das spezifische Gewicht dividiert, um den Zuckergehalt in Gewichtsprozenten auszudrücken.

Beispiel. Das spezifische Gewicht eines Rübensaftes wurde zu 1,0749 ermittelt. 100 ccm desselben mit $^1/_{10}$ Volumen Bleiessig versetzt, polarisierten 58,5°. Um auf Zuckerprozente umzurechnen, wird dieser Betrag zuerst um $^1/_{10}$ vergröfsert und darauf mit 0,26 (resp. 0,26048) multipliziert.

$$\begin{array}{r} 58{,}5 \\ +\ 5{,}85 \\ \hline 64{,}35 \end{array} \cdot 0{,}26 = 16{,}731\ \%$$ Zucker in 100 Raumteilen Saft.

Um die entsprechenden Gewichtsprozente zu erhalten, wird dieser Betrag durch die Zahl für das spezifische Gewicht dividiert.

$$\frac{16{,}731}{1{,}0749} = 15{,}56$$ Gewichtsprozent Zucker.

Von Schmitz[1]) sind für den Fabrikbetrieb Tabellen ausgerechnet worden, in welchen er den Einflufs des Bleiessigzusatzes sowie die bezüglichen spezifischen Gewichte und die Drehung des Rohrzuckers berücksichtigt.

Um diese Tabellen gebrauchen zu können, mufs man stets nach der Mafsmethode mit $^1/_{10}$ Volumen Bleiessigzusatz arbeiten.

Den Gebrauch der Tabelle möge folgendes Beispiel erklären.

Ein Saft besitzt das spezifische Gewicht 1,0811 oder 19,7 Brix-Grade, die Polarisation ergab 67,3°.

---

[1]) Vereinszeitschrift 1880, 899.

In der Tabelle findet man auf S. 234 in der 19,7 am nächsten stehenden Spalte 19,5 bei 67,0 = 17,74
und in der kleinen Hilfstabelle 0,3 = 0,08
= 17,82 Gewichtsprozente Zucker.

(Siehe Tabelle XII, S. 228 bis 235.)

Bestimmung des Wasser- und Nichtzuckergehaltes.

Zur Bestimmung des Wassergehaltes in Rüben-Rohsäften oder in Dünnsäften verfährt man in genau derselben Weise, wie auf S. 141 angegeben wurde, d. h. der Saft wird vor dem Eintrocknen mit gewaschenem und geglühtem Sand vermischt, um eine gleichmäfsige lockere Masse zu erzielen. Es ist dies eine allgemeine Regel bei der Bestimmung des Wassergehaltes in Substanzen, welche beim Verdampfen schmierig und klebrig werden. Würde man ohne jeden Sandzusatz eintrocknen wollen oder wird die Vermischung mit dem Sande nicht sehr sorgfältig gemacht, so wird man nie zu einem richtigen Resultate gelangen. Es würde in diesen Fällen die oberste Schicht zu einer harten, undurchlässigen Kruste zusammentrocknen, wodurch jedes weitere Verdampfen der unter dieser liegenden feuchten Anteile zur Unmöglichkeit würde.

Am besten gelangt man so zum Ziel, indem man in die gewogene Trockenschale + Sand + Glasstäbchen 10—12 ccm Saft pipettiert, schnell wieder wiegt und dann den gröfsten Teil des Wassers auf dem Wasserbade unter öfterem Umrühren der Masse verdampft. Ist dies geschehen, so setzt man das Schälchen in den Trockenschrank, worin man bei 105 bis 110° C. vollständig trocknet.

Hierbei möge noch einmal auf die aufserordentlich grofse Fehlerquelle hingewiesen werden, welche in der schnellen Verdampfung des Wassers auf der Wage liegt. Will man sich davor schützen, so mufs man das Trockenschälchen bei jeder Wägung bedeckt halten. Dies kann auf die Weise geschehen, dafs man entweder überhaupt mit Deckel versehene Trockenschälchen benutzt oder einen Deckel für alle Schälchen verwendet. Verfasser hat zu diesem Zwecke mit grofsem Vorteil eine runde dünne Aluminiumplatte benutzt, welche mit einem kleinen Ausschnitte für das Glasstäbchen versehen ist. Bei allen Wägungen wird das Blech auf die Schälchen gelegt, so dafs es in jeder Tara mitgewogen wird. Wenn man auch durch diese Vorsichtsmafsregel eine Verdampfung nicht absolut ver-

(Fortsetzung des Textes siehe S. 236.)

Ta-

**Tabelle zu den Apparaten
für beobachtete Dichtigkeiten und mit Berücksichtigung des veränder-**

Mit $^1/_{10}$ Volumen

Proz. Brix von 0,5—12,0		Grade am Polarimeter	Prozente Brix und ent-								
Zehntel-Grade	Proz. Zucker		0,5 1,0019	1,0 1,0039	1,5 1,0058	2,0 1,0078	2,5 1,0098	3,0 1,0117	3,5 1,0137	4,0 1,0157	4,5 1,0177
0,1	0,03	1	0,29	0,29	0,29	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28
0,2	0,06	2	—	0,57	0,57	0,57	0,57	0,56	0,56	0,56	0,56
0,3	0,08	3	—	0,85	0,85	0,85	0,85	0,85	0,85	0,84	0,84
0,4	0,11	4	—	—	1,14	1,13	1,13	1,13	1,13	1,13	1,12
0,5	0,14	5	—	—	1,42	1,42	1,41	1,41	1,41	1,41	1,40
0,6	0,17	6	—	—	—	1,70	1,70	1,69	1,69	1,69	1,68
0,7	0,19	7	—	—	—	1,98	1,98	1,98	1,97	1,97	1,96
0,8	0,22	8	—	—	—	—	2,26	2,26	2,26	2,25	2,25
0,9	0,25	9	—	—	—	—	—	2,54	2,54	2,53	2,53
		10	—	—	—	—	—	2,82	2,82	2,81	2,81
		11	—	—	—	—	—	—	3,10	3,09	3,09
		12	—	—	—	—	—	—	3,38	3,38	3,37
		13	—	—	—	—	—	—	—	3,66	3,65
Proz. Brix von 12,5—20,0		14	—	—	—	—	—	—	—	3,94	3,93
		15	—	—	—	—	—	—	—	—	4,21
Zehntel-Grade	Proz. Zucker	16	—	—	—	—	—	—	—	—	4,49
		17	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		18	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,1	0,03	19	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,2	0,05	20	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,3	0,08	21	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,4	0,11	22	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,5	0,13	23	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,6	0,16	24	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,7	0,19	25	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,8	0,21	26	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,9	0,24	27	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		28	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		29	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		30	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		31	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		32	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		33	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		34	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		35	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		36	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		37	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		38	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		39	—	—	—	—	—	—	—	—	—

belle XII.

mit Ventzke'scher Skala

lichen spezifischen Drehungsvermögens des Zuckers (M. Schmitz).

Bleiessig-Zusatz.

sprechendes spezifisches Gewicht:											Grade am Polarimeter
5,0	5,5	6,0	6,5	7,0	7,5	8,0	8,5	9,0	9,5	10,0	
1,0197	1,0217	1,0237	1,0258	1,0278	1,0298	1,0319	1,0339	1,0360	1,0381	1,0401	
0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28	1
0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,55	0,55	0,55	0,55	0,55	0,55	2
0,84	0,84	0,84	0,84	0,83	0,83	0,83	0,83	0,83	0,83	0,82	3
1,12	1,12	1,12	1,11	1,11	1,11	1,11	1,11	1,10	1,10	1,10	4
1,40	1,40	1,40	1,39	1,39	1,39	1,38	1,38	1,38	1,38	1,37	5
1,68	1.68	1,67	1,67	1,67	1,66	1,66	1,66	1,66	1,65	1,65	6
1,96	1,96	1,95	1,95	1,95	1,94	1,94	1,93	1,93	1,93	1,92	7
2,24	2,24	2,23	2,23	2,22	2,22	2,22	2,21	2,21	2,20	2,20	8
2,52	2,52	2,51	2,51	2,50	2,50	2,49	2,49	2,48	2,48	2,47	9
2,80	2,80	2,79	2,79	2,78	2,78	2,77	2,76	2,76	2,75	2,75	10
3,08	3,08	3,07	3,06	3,06	3,05	3,05	3,04	3,03	3,03	3,02	11
3,36	3,36	3,35	3,34	3,34	3,33	3,32	3,32	3,31	3,30	3,30	12
3,64	3,64	3,63	3,62	3,61	3,61	3,60	3,59	3,59	3,58	3,57	13
3,92	3,92	3,91	3,90	3,89	3,88	3,88	3,87	3,86	3,85	3,85	14
4,20	4,19	4,19	4,18	4,17	4,16	4,15	4,15	4,14	4,13	4,12	15
4,48	4,47	4,47	4,46	4,45	4,44	4,43	4,42	4,41	4,40	4,40	16
4,77	4,76	4,75	4,74	4,73	4,72	4,71	4,70	4,69	4,68	4,67	17
—	5,03	5,02	5,01	5,00	4,99	4,99	4,97	4,97	4,96	4,95	18
—	5,32	5,31	5,29	5,28	5,27	5,26	5,25	5,24	5,23	5,22	19
—	—	5,58	5,57	5,56	5,55	5,54	5,53	5,52	5,51	5,50	20
—	—	5,86	5,85	5,84	5,83	5,82	5,81	5,79	5,78	5,77	21
—	—	—	6,13	6,12	6,11	6,09	6,08	6,07	6,06	6,05	22
—	—	—	6,41	6,40	6,38	6,37	6,36	6,35	6,33	6,32	23
—	—	—	—	6,67	6,66	6,65	6,64	6,62	6,61	6,60	24
—	—	—	—	—	6,94	6,93	6,91	6,90	6,89	6,87	25
—	—	—	—	—	7,22	7,20	7,19	7,17	7,16	7,15	26
—	—	—	—	—	—	7,48	7,46	7,45	7,44	7,42	27
	—	—	—	—	—	7,76	7,74	7,73	7,71	7,70	28
—	—	—	—	—	—	—	8,02	8,00	7,99	7,97	29
—	—	—	—	—	—	—	—	8,28	8,26	8,25	30
—	—	—	—	—	—	—	—	8,55	8,54	8,52	31
—	—	—	—	—	—	—	—	8,83	8,81	8,80	32
—	—	—	—	—	—	—	—	—	9,09	9,07	33
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	9,35	34
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	9,62	35
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	36
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	37
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	38
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	39

Proz. Brix von 0,5—12,0	
Zehntel-Grade	Proz. Zucker
0.1	0,03
0,2	0,06
0,3	0,08
0,4	0,11
0,5	0,14
0,6	0.17
0,7	0,19
0.8	0,22
0,9	0,25

Proz. Brix von 12,5—20,0	
Zehntel-Grade	Proz. Zucker
0,1	0,03
0.2	0,05
0,3	0,08
0,4	0,11
0,5	0,13
0,6	0.16
0,7	0,19
0,8	0,21
0,9	0.24

Grade am Polarimeter	Prozente Brix und ent-								
	10,5 1,0422	11,0 1,0443	11,5 1,0464	12,0 1,0485	12,5 1,0506	13,0 1,0528	13,5 1,0549	14,0 1,0570	14,5 1,0592
1	0,28	0,27	0.27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27
2	0,55	0.55	0,55	0,55	0,54	0,54	0,54	0,54	0,54
3	0,82	0,82	0,82	0,82	0,82	0,81	0,81	0,81	0,81
4	1,10	1,10	1,09	1,09	1,09	1,09	1,08	1,08	1,08
5	1,37	1,37	1,36	1,36	1,36	1,36	1,35	1,35	1,35
6	1,64	1,64	1,64	1,64	1,63	1,63	1,62	1,62	1,62
7	1,92	1,91	1,91	1,91	1,90	1,90	1,89	1,89	1,89
8	2,19	2,19	2,18	2,18	2,18	2.17	2,17	2,16	2,16
9	2,47	2,46	2,46	2,45	2,45	2,44	2,44	2,43	2,43
10	2,74	2,74	2,73	2,73	2,72	2,71	2,71	2,70	2,70
11	3,02	3,01	3,00	3,00	2,99	2,99	2,98	2,97	2,97
12	3,29	3,28	3,28	3,27	3,26	3.26	3,25	3,24	3,24
13	3,56	3,56	3,55	3,54	3,54	3,53	3,52	3,51	3,51
14	3,84	3,83	3,82	3,82	3,81	3,80	3,79	3,78	3,78
15	4,11	4,11	4.10	4,09	4,08	4,07	4,06	4,06	4,05
16	4,39	4,38	4,37	4,36	4,35	4,34	4.33	4,33	4,32
17	4,66	4,65	4,64	4,63	4,62	4,62	4,61	4,60	4,59
18	4,93	4,93	4,91	4,91	4,90	4,89	4,88	4,87	4,86
19	5,21	5,20	5,19	5,18	5,17	5,16	5,15	5,14	5,13
20	5,49	5,47	5,46	5,45	5.44	5,43	5,42	5,41	5.40
21	5,76	5,75	5,74	5,73	5,71	5,70	5,69	5,68	5.67
22	6,03	6,02	6,01	6,00	5,99	5,97	5,96	5,95	5,94
23	6,31	6,30	6,28	6,27	6,26	6,24	6,23	6,22	6,21
24	6,58	6,57	6,56	6,54	6,53	6,52	6,50	6,49	6,48
25	6,86	6,84	6,83	6,82	6,80	6,79	6,78	6.76	6,75
26	7,13	7,12	7,10	7,09	7,07	7,06	7,05	7,03	7,02
27	7,41	7,39	7,38	7,36	7,35	7,33	7,32	7,30	7,29
28	7,68	7,66	7,65	7,63	7.62	7,60	7,59	7,57	7,56
29	7,96	7,94	7,92	7,91	7,89	7,87	7,86	7,84	7,83
30	8,23	8,21	8.20	8.18	8,16	8,15	8,13	8,11	8,10
31	8,50	8,49	8,47	8,45	8,44	8,42	8,40	8,39	8,37
32	8,78	8,76	8.74	8,73	8,71	8,69	8,67	8,66	8,64
33	9,05	9,03	9.02	9,00	8,98	8,96	8,94	8,93	8,91
34	9.33	9,31	9,29	9,27	9,25	9,23	9,22	9.20	9,18
35	9,60	9,58	9,56	9,54	9,53	9,51	9,49	9,47	9,45
36	9,88	9,86	9,84	9,82	9,80	9,78	9,76	9,74	9,72
37	10,15	10,13	10,11	10,09	10,07	10,05	10,03	10,01	9,99
38	—	10,40	10,38	10,36	10,34	10,32	10,30	10,28	10,26
39	—	10,68	10,66	10,64	10,61	10,59	10,57	10,55	10,53

sprechendes spezifisches Gewicht:											Grade am Polarimeter
15,0	15,5	16,0	16,5	17,0	17,5	18,0	18,5	19,0	19,5	20,0	
1,0613	1,0635	1,0657	1,0678	1,0700	1,0722	1,0744	1,0766	1,0788	1,0811	1,0833	
0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,27	0,26	1
0,54	0,54	0,54	0,54	0,53	0,53	0,53	0,53	0,53	0,53	0,53	2
0,81	0,81	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80	0,79	0,79	0,79	3
1,08	1,08	1,07	1,07	1,07	1,07	1,06	1,06	1,06	1,06	1,06	4
1,35	1,34	1,34	1,34	1,34	1,33	1,33	1,33	1,32	1,32	1,32	5
1,62	1,61	1,61	1,61	1,60	1,60	1,60	1,59	1,59	1,59	1,58	6
1,88	1,88	1,88	1,87	1,87	1,86	1,86	1,86	1,85	1,85	1,85	7
2,15	2,15	2,15	2,14	2,14	2,13	2,13	2,12	2,12	2,12	2,11	8
2,42	2,42	2,41	2,41	2,40	2,40	2,39	2,39	2,38	2,38	2,37	9
2,69	2,69	2,68	2,68	2,67	2,67	2,66	2,65	2,65	2,64	2,64	10
2,96	2,95	2,95	2,94	2.94	2,93	2,92	2,92	2,91	2,91	2,90	11
3,23	3,22	3,22	3,21	3,20	3,20	3,19	3,18	3,18	3,17	3,17	12
3.50	3,49	3,49	3,48	3,47	3,46	3,46	3,45	3,44	3,44	3.43	13
3,77	3,76	3.75	3,75	3,74	3,73	3,72	3,72	3,71	3,70	3,69	14
4,04	4,03	4,02	4,02	4,01	4,00	3,99	3,98	3,97	3,97	3,96	15
4,31	4,30	4,29	4,28	4,27	4,26	4,26	4,25	4,24	4,23	4,22	16
4,58	4,57	4,56	4,55	4,54	4,53	4,52	4,51	4,50	4,49	4,48	17
4,85	4,84	4,83	4,82	4,81	4,80	4,79	4,78	4,77	4,76	4.75	18
5,12	5,11	5,10	5,09	5,08	5,06	5,05	5,04	5,03	5,02	5,01	19
5,39	5,38	5,36	5,35	5,34	5,33	5.32	5,31	5,30	5,29	5,28	20
5,66	5,65	5,63	5,62	5,61	5,60	5,59	5,58	5,56	5,55	5,54	21
5,93	5,91	5,90	5,89	5,88	5,87	5,85	5,84	5,83	5,82	5.80	22
6,20	6,18	6,17	6,16	6,14	6,13	6,12	6,11	6,09	6,08	6,07	23
6,46	6,45	6,44	6,43	6,41	6,40	6,39	6,37	6.36	6,35	6,33	24
6,73	6,72	6,71	6,69	6,68	6.67	6,65	6,64	6,63	6.61	6,60	25
7.00	6,99	6,97	6,96	6,95	6,93	6,92	6,90	6,89	6,88	6,86	26
7.27	7,26	7.24	7,23	7,21	7,20	7,18	7,17	7,15	7,14	7,13	27
7,54	7,53	7,51	7,50	7,48	7,47	7,45	7,44	7,42	7,40	7,39	28
7,81	7,80	7,78	7,77	7,75	7,73	7,72	7,70	7,68	7,67	7,65	29
8,08	8,06	8,05	8,03	8,02	8,00	7,98	7,97	7,95	7,93	7,92	30
8,35	8,33	8,32	8,30	8,28	8,27	8,25	8,23	8,21	8,20	8,18	31
8,62	8,60	8,58	8,57	8,55	8,53	8,51	8,50	8,48	8,46	8,45	32
8,89	8,87	8,85	8,84	8,82	8,80	8,78	8,76	8,75	8,73	8,71	33
9.16	9,14	9,12	9,10	9,09	9.07	9,05	9,03	9,01	8,99	8,97	34
9,43	9,41	9,39	9,37	9,35	9,34	9,31	9,30	9,28	9,26	9,24	35
9,70	9,68	9,66	9,64	9,62	9,60	9,58	9,56	9,54	9.52	9,50	36
9,97	9,95	9,93	9,91	9,89	9,87	9,85	9,83	9,81	9,79	9,77	37
10,24	10,22	10,20	10,18	10,15	10,13	10,11	10,09	10,07	10,05	10,03	38
10,51	10,49	10,46	10,44	10,42	10,40	10,38	10,36	10,34	10.32	10,29	39

Proz. Brix von 11,5–22,5

Zehntel-Grade	Proz. Zucker
0,1	0,03
0,2	0,05
0,3	0,08
0,4	0,11
0,5	0,13
0,6	0,16
0,7	0,19
0,8	0,21
0,9	0,24

Proz. Brix von 23,0–24,0

Zehntel-Grade	Proz. Zucker
0,1	0,03
0,2	0,05
0,3	0,08
0,4	0,10
0,5	0,13
0,6	0,16
0,7	0,18
0,8	0,21
0,9	0,23

Grade am Polarimeter	Prozente Brix und ent-					
	11,5 1,0464	12,0 1,0485	12,5 1,0506	13,0 1,0528	13,5 1,0549	14,0 1,0578
40	10,93	10,91	10,89	10,86	10,84	10,82
41	—	11,18	11,16	11,14	11,12	11,09
42	—	11,46	11,43	11,41	11,39	11,36
43	—	—	11,71	11,68	11,66	11,64
44	—	—	11,98	11,95	11,93	11,91
45	—	—	12,25	12,23	12,20	12,18
46	—	—	—	12,50	12,47	12,45
47	—	—	—	—	12,74	12,72
48	—	—	—	—	13,02	12,99
49	—	—	—	—	—	13,26
50	—	—	—	—	—	—
51	—	—	—	—	—	—
52	—	—	—	—	—	—
53	—	—	—	—	—	—
54	—	—	—	—	—	—
55	—	—	—	—	—	—
56	—	—	—	—	—	—
57	—	—	—	—	—	—
58	—	—	—	—	—	—
59	—	—	—	—	—	—
60	—	—	—	—	—	—
61	—	—	—	—	—	—
62	—	—	—	—	—	—
63	—	—	—	—	—	—
64	—	—	—	—	—	—
65	—	—	—	—	—	—
66	—	—	—	—	—	—
67	—	—	—	—	—	—
68	—	—	—	—	—	—
69	—	—	—	—	—	—
70	—	—	—	—	—	—
71	—	—	—	—	—	—
72	—	—	—	—	—	—
73	—	—	—	—	—	—
74	—	—	—	—	—	—
75	—	—	—	—	—	—
76	—	—	—	—	—	—
77	—	—	—	—	—	—
78	—	—	—	—	—	—
79	—	—	—	—	—	—
80	—	—	—	—	—	—

sprechendes spezifisches Gewicht:

14,5 1,0592	15,0 1,0613	15,5 1,0635	16,0 1,0657	16,5 1,0678	17,0 1,0700	17,5 1,0722	Grade am Polarimeter
10,80	10,78	10,76	10,73	10,71	10,69	10,67	40
11,07	11,05	11,03	11,00	10,98	10,96	10,94	41
11,34	11,32	11,29	11,27	11,25	11,23	11,20	42
11,61	11,59	11,56	11,54	11,52	11,49	11,47	43
11,88	11,86	11,83	11,81	11,79	11,76	11,74	44
12,15	12,13	12,10	12,08	12,05	12,03	12,01	45
12,42	12,40	12,37	12,35	12,32	12,30	12,27	46
12,69	12,67	12,64	12,61	12,59	12,56	12,54	47
12,97	12,94	12,91	12,88	12,86	12,83	12,81	48
13,23	13,21	13,18	13,15	13,13	13,10	13,07	49
13,50	13,48	13,45	13,42	13,40	13,37	13,34	50
13,78	13,75	13,72	13,69	13,66	13,64	13,61	51
—	14,02	13,99	13,96	13,93	13,90	13,88	52
—	14,29	14,26	14,23	14,20	14,17	14,14	53
—	—	14,53	14,50	14,47	14,44	14,41	54
—	—	14,80	14,77	14,74	14,71	14,68	55
—	—	—	15,03	15,00	14,97	14,94	56
—	—	—	15,30	15,27	15,24	15,21	57
—	—	—	15,57	15,54	15,51	15,48	58
—	—	—	—	15,81	15,78	15,75	59
—	—	—	—	—	16,05	16,01	60
—	—	—	—	—	16,31	16,28	61
—	—	—	—	—	—	16,55	62
—	—	—	—	—	—	16,82	63
—	—	—	—	—	—	—	64
—	—	—	—	—	—	—	65
—	—	—	—	—	—	—	66
—	—	—	—	—	—	—	67
—	—	—	—	—	—	—	68
—	—	—	—	—	—	—	69
—	—	—	—	—	—	—	70
—	—	—	—	—	—	—	71
—	—	—	—	—	—	—	72
—	—	—	—	—	—	—	73
—	—	—	—	—	—	—	74
—	—	—	—	—	—	—	75
—	—	—	—	—	—	—	76
—	—	—	—	—	—	—	77
—	—	—	—	—	—	—	78
—	—	—	—	—	—	—	79
—	—	—	—	—	—	—	80

Proz. Brix von 11,5–22,5	
Zehntel-Grade	Proz. Zucker
0,1	0,03
0,2	0,05
0,3	0,08
0,4	0,11
0,5	0,13
0,6	0,16
0,7	0,19
0,8	0,21
0,9	0,24

Proz. Brix von 23,0–24,0	
Zehntel-Grade	Proz. Zucker
0,1	0,03
0,2	0,05
0,3	0,08
0,4	0,10
0,5	0,13
0,6	0,16
0,7	0,18
0,8	0,21
0,9	0,23

Grade am Polarimeter	Prozente Brix und ent-					
	18,0 1,0744	18,5 1,0766	19,0 1,0788	19,5 1,0811	20,0 1,0833	20,5 1,0855
40	10,64	10,62	10,60	10,58	10,56	10,54
41	10,91	10,89	10,87	10,85	10,82	10,80
42	11,18	11,16	11,13	11,11	11,09	11,07
43	11,45	11,42	11,40	11,38	11,35	11,33
44	11,71	11,69	11,66	11,64	11,62	11,59
45	11,98	11,96	11,93	11,91	11,88	11,86
46	12,25	12,22	12,20	12,17	12,15	12,12
47	12,51	12,49	12,46	12,44	12,41	12,39
48	12,78	12,75	12,73	12,70	12,67	12,65
49	13,05	13,02	12,99	12,97	12,94	12,91
50	13,31	13,29	13,26	13,23	13,20	13,18
51	13,58	13,55	13,52	13,50	13,47	13,44
52	13,85	13,82	13,79	13,76	13,73	13,70
53	14,11	14,08	14,05	14,03	14,00	13,97
54	14,38	14,35	14,32	14,29	14,26	14,23
55	14,65	14,62	14,59	14,56	14,53	14,50
56	14,91	14,88	14,85	14,82	14,79	14,76
57	15,18	15,15	15,12	15,09	15,06	15,02
58	15,45	15,42	15,38	15,35	15,32	15,29
59	15,71	15,68	15,65	15,62	15,58	15,55
60	15,98	15,95	15,92	15,88	15,85	15,82
61	16,25	16,21	16,18	16,15	16,11	16,08
62	16,52	16,48	16,45	16,41	16,38	16,35
63	16,78	16,75	16,71	16,68	16,64	16,61
64	17,05	17,01	16,98	16,94	16,91	16,87
65	17,32	17,28	17,24	17,21	17,17	17,14
66	—	17,55	17,51	17,47	17,44	17,40
67	—	17,81	17,78	17,74	17,70	17,67
68	—	—	18,04	18,00	17,97	17,93
69	—	—	18,31	18,27	18,23	18,19
70	—	—	—	18,53	18,50	18,46
71	—	—	—	—	18,76	18,72
72	—	—	—	—	19,03	18,99
73	—	—	—	—	—	19,25
74	—	—	—	—	—	19,52
75	—	—	—	—	—	19,78
76	—	—	—	—	—	—
77	—	—	—	—	—	—
78	—	—	—	—	—	—
79	—	—	—	—	—	—
80	—	—	—	—	—	—

sprechendes spezifisches Gewicht:							Grade am Polarimeter
21,0 1,0878	21,5 1,0900	22,0 1,0923	22,5 1,0946	23,0 1,0969	23,5 1,0992	24,0 1,1015	
10,52	10,49	10,47	10.45	10,43	10,41	10,38	40
10,78	10,76	10,74	10,71	10,69	10,67	10,65	41
11,04	11,02	11,00	10,97	10,95	10,93	10,90	42
11,31	11,28	11,26	11,24	11,21	11,19	11,17	43
11,57	11,55	11,52	11,50	11,47	11,45	11,42	44
11,83	11,81	11,78	11.76	11,73	11,71	11,69	45
12,09	12,07	12,05	12,02	12,00	11,97	11,94	46
12,36	12,33	12.31	12,28	12,26	12,23	12,21	47
12,62	12,60	12,57	12,54	12,52	12,49	12,47	48
12,88	12,86	12,83	12,81	12,78	12,75	12,73	49
13,15	13,12	13,09	13,07	13,04	13,01	12,99	50
13,41	13,39	13,36	13.33	13,30	13,27	13,25	51
13,68	13.65	13,62	13,59	13,56	13,53	13.51	52
13,94	13,91	13,88	13,85	13.82	13,79	13,77	53
14,20	14,17	14,14	14,11	14,08	14,06	14,02	54
14,47	14,44	14,41	14,38	14,35	14,32	14,29	55
14,73	14,70	14,67	14,64	14,61	14,58	14,55	56
14,99	14,96	14,93	14,90	14.87	14,84	14,81	57
15,26	15,23	15,19	15,16	15,13	15,10	15,07	58
15,52	15,49	15,46	15,42	15,39	15,36	15,33	59
15.78	15,75	15,72	15,69	15,65	15,62	15,59	60
16,05	16,01	15,98	15,95	15,91	15,88	15,85	61
16,31	16,28	16,24	16,21	16,18	16,14	16,11	62
16,57	16,54	16,51	16,47	16,44	16,40	16,37	63
16,84	16,80	16,77	16,73	16,70	16,66	16,63	64
17.10	17,07	17,03	17,00	16,96	16,92	16,89	65
17,37	17,33	17,29	17,26	17,22	17,19	17,15	66
17,63	17,59	17,56	17,52	17,48	17,45	17,41	67
17,89	17,86	17,82	17,78	17,74	17,71	17,67	68
18,16	18,12	18,08	18,04	18,00	17,97	17,93	69
18,42	18,38	18,35	18,31	18,27	18,23	18,19	70
18,68	18,65	18,61	18,57	18,53	18,49	18.45	71
18,95	18,91	18,87	18,83	18,79	18,75	18,71	72
19,21	19,17	19,13	19.09	19,05	19,01	18,97	73
19,48	19,44	19,40	19,35	19,31	19,27	19,23	74
19,74	19,70	19,66	19,62	19,57	19,53	19,49	75
20,00	19,96	19,92	19,88	19,84	19,80	19,75	76
20.27	20,22	20,18	20,14	20.10	20,06	20,01	77
—	20,49	20,45	20.40	20,36	20,32	20.27	78
—	20,75	20,71	20,66	20,62	20,58	20,54	79
—		20,97	20,93	20,88	20,84	20,80	80

hindern kann, so werden doch dadurch die Fehler auf ein äufserst geringes Minimum beschränkt, so dafs sie vernachlässigt werden können.

Beispiel. Der zur Zuckerbestimmung benutzte Rübensaft mit dem Zuckergehalt von 17,82 Prozent ergab beim Trocknen:

Deckel + Schälchen + Sand + Glasstab + Saft . .	= 61,7351	g
Deckel + Schälchen + Sand + Glasstab	= 51,5042	„
Saft	= 10,2309	g.
Vor dem Trocknen	= 61,7351	g
Nach „ „	= 53,5310	„
Gewichtsverlust Wasser	= 8,2041	g.

Hieraus berechnet sich:

$$\frac{10,2309}{8,2041} = \frac{100}{x}; \qquad x = 80,18\,\% \text{ Wasser.}$$

Der Saft enthält also:

Zucker . . .	=	17,82 %
Wasser . . .	=	80,18 „
Nichtzucker . .	=	2,00 „
	=	100,00 %.

Der Nichtzuckergehalt (Gesamtnichtzucker) berechnet sich, indem die Summe von Zuckergehalt + Wassergehalt von 100 abgezogen wird.

Der Reinheitsquotient der Säfte.

Unter „Reinheitsquotient" versteht man den prozentischen Zuckergehalt der Trockensubstanz der zu untersuchenden Substanz.

Dieser wichtige Begriff des Reinheitsquotienten ist für die Beurteilung der verschiedenartigen Fabrikationsprodukte von höchster Bedeutung.

Je nachdem man nun den *scheinbaren* oder den *wirklichen* Trockensubstanzgehalt bestimmt hat, so kann man durch Division die scheinbare oder wirkliche Reinheit des betreffenden Saftes berechnen, indem man den gefundenen Zuckergehalt mit 100 multipliziert und durch den Trockensubstanzgehalt dividiert.

Der *scheinbare* Trockensubstanzgehalt wird durch die Brix'sche Spindel, der *wirkliche* Trockensubstanzgehalt wird dagegen durch die direkte Wasserbestimmung ermittelt.

Die Berechnung des Reinheitsquotienten gestaltet sich nun folgendermafsen:

In dem Beispiel, welches bei der Bestimmung des Wasser- und Nichtzuckergehaltes genommen wurde, ergab sich als Resultat:

Zuckergehalt = 17,82 %; Wassergehalt = 80,18 %;
also Gesamttrockensubstanz 100 — 80,18 = 19,82 %.

Mit Hilfe dieser Zahlen läfst sich also der *wirkliche* Reinheitsquotient berechnen:

$$19{,}82 : 17{,}82 = 100 : x = \frac{17{,}8 \,.\, 2100}{19{,}82} = 89{,}90 \text{ wirkliche Reinheit.}$$

Legt man dagegen der Berechnung die ermittelte Brix-Zahl, welche die *scheinbare* Trockensubstanz angibt, zugrunde — in diesem Falle 20,3° —, so erhält man:

$$20{,}3 : 17{,}82 = 100 : x = \frac{17{,}82 \,.\, 100}{20.3} = 87{,}78 \text{ scheinbare Reinheit.}$$

Für die Bestimmung der Reinheit von Rübensäften gibt die bis jetzt angewandte Methode — die Bestimmung der Reinheit des Prefssaftes — absolut unzuverlässige Zahlen. Wie schon vorhin hervorgehoben, kann man je nach der Art und Weise des Pressens ganz verschiedene Zahlen, aus ein und demselben Rübenmuster stark voneinander abweichende Ergebnisse erhalten. Ferner wirkt die Art der Zerkleinerung des Prefsgutes sehr auf die Resultate ein. Die Methode ist also derart mit Fehlern behaftet, dafs sie zu den Unglückskindern unserer Untersuchungsmethoden gehört und auf jeden Fall zu vermeiden ist.

Im Jahre 1899 veröffentlichte Krause[1]) eine Methode, welche die Nachteile des alten Prefssaftverfahrens nicht besitzt und auf der Untersuchung eines durch heifse wässrige Digestion gewonnenen Saftes beruht. Die von Krause vorgeschlagene Digestionsmethode gibt unter Innehaltung gleichmäfsiger Versuchsbedingungen genügend gleichmäfsige Werte für die Reinheitsquotienten, welche relativ der Reinheit des in den Rüben enthaltenen Saftes entsprechen. Wir besitzen also in dem Krause'schen Verfahren eine Arbeitsmethode, welche allen Anforderungen entspricht, welche an eine solche gestellt werden können.

Die Ausführung der Methode ist die folgende: Das vierfache Normalgewicht (104,2 g) eines feinen, am besten auf der Perner'schen Reibe hergestellten Rübenbreies wird verlustlos in einen Kolben gespült, welcher eine Marke bei 402,8 ccm besitzt, wäscht mit heifsem Wasser nach und füllt den Kolben zu etwa $^4/_5$ des Volumens mit Wasser. Nun stellt man unter öfterem Umschwenken 5 Minuten in ein 90° heifses Wasserbad, beseitigt den zuerst dichten, dann sich rasch lockernden Schaum sorgfältig und vollständig mit Äther (Vorsicht in der Nähe von Gasflammen), füllt mit heifsem Wasser etwas über die Marke auf, digeriert im Wasserbade (bei *feinem*

[1]) Österr.-Ungar. Zeitschrift 1899, 486.

Brei 5 Minuten), kühlt ab, stellt mit kaltem Wasser bis zur Marke ein und filtriert durch einen unten geschlossenen Trichter aus feinem Zentrifugensieb. Das nun klare Filtrat füllt man in einen 250 bis 300 ccm fassenden Zylinder und spindelt es mit einer Krause'schen Spindel (Fig. 75). Diese ist eine Spindel mit Thermometer und Temperaturkorrektion, welche in ihrem flachen Stengel zwei Skalen enthält. Die eine dieser Skalen gibt in bekannter Weise die Brix-Grade der Lösung an, während die andere empirisch graduiert ist und reduzierte Brix-Grade angibt, welche der löslichen (scheinbaren) Trockensubstanz des ursprünglichen Rübenbreies (auf das Normalgewicht bezogen) entsprechen. *Hierdurch ist man in den Stand gesetzt, direkt aie Brix-Grade des ursprünglichen Rübensaftes abzulesen;* polarisiert man dann 100 ccm des Saftes wie gewöhnlich, so läfst sich hierdurch die scheinbare Reinheit der Rübe in wirklich zutreffender Weise berechnen. Die Methode Krause ist in jeder Hinsicht der alten Prefssaft-Methode weit überlegen, sie versagt jedoch, sobald man ein Rübenmaterial hat, bei welchem die heifse wässrige Digestion unzureichend erscheint.



Fig. 75.
Krause'sche Spindel.

Krause beschreibt die Berechnung seiner, reduzierte Brix-Grade angebenden Skala folgendermafsen:

„Die Berechnung der letzteren Skala beruht auf folgenden Untersuchungsresultaten:

Ich bestimmte das Gewicht und Volumen des Rübenmarkes von 26,048 g Rübenbrei und ergaben meine Analysen von Kampagnerüben Zahlen, welche pro 26,048 g Brei die abgerundeten Zahlen von 0,70 ccm Markvolumen und ein spezifisches Gewicht des Markes von 1,50 richtig erscheinen liefsen.

Es enthalten demnach 26,048 g Rübenbrei (26,048 — 1,50) = 24,998 oder rund 25 g Saft und 104,2 g Rübenbrei rund 100 g Rübensaft und 2,8 ccm Rübenmark; somit werden in einem Kolben von 402,8 ccm Inhalt obige 100 g Saft auf 400 ccm verdünnt.

Angenommen, der im Rübenbrei enthaltene Saft hätte 11° Blg. (Verhältnis zwischen Balling- und Brix-Grade siehe S. 84), so wiegen 100 ccm desselben 104,431 g und 100 g dieses Saftes nehmen 95,757 ccm ein. Dieselben sind somit in obigem Kolben mit (400 — 95,757) = 304,243 ccm

Wasser auf 400 ccm Saft verdünnt worden, und diese werden 404,243 g wiegen und somit eine Dichte von 1,0106 = 2,715° Blg. besitzen.

Die resultierende Polarisation bezieht sich jedoch auf 26,048 g Substanz; da ich aber im Brei nur 25 g polarisierenden Saft besitze, so müfste ich die erhaltene Polarisation mit $\frac{26,048}{25}$ multiplizieren, um die den obigen 11° Blg. entsprechende Polarisation des Rübensaftes zu erhalten. Es erschien mir jedoch für eine Rüben-Untersuchungsmethode, welche für die Wertbestimmung der Rübe verwendbar sein soll, zweckmäfsiger, die Saccharimeteranzeige auf 26,048 g Brei zu beziehen, und erhielt

$$2,715 \cdot \frac{26,048}{25} = 2,8288^{0} \text{ Blg.} = 11^{0} \text{ Sacch.}$$

Man liest somit an der Spindel die im Rübenbrei lösliche scheinbare Trockensubstanz in Prozent ab, ebenso wie die Polarisation den im Brei enthaltenen Zucker in Prozent angibt.

Es wurde jeder Grad rechnerisch bestimmt, mittelst genauer Teilapparate aufgetragen und die Zwischenräume in 10 gleiche Teile geteilt.

Die Temperaturkorrektionstabelle wurde mittelst des aus der Berechnung der Saccharimeterangabe sich ergebenden durchschnittlichen Verdünnungskoëffizienten berechnet.

Um eine Skala zu erhalten, welche genaue Angaben gestattet, habe ich des beschränkten Saftquantums wegen die Grade von 10—24° Saccharimeter auf 3 Spindeln verteilt."

Im Jahre 1902 veröffentlichte Stiepel[1]) eine Methode zur Ermittelung der Reinheit des Rübensaftes und des Zuckergehaltes desselben, welche darauf beruht, dafs er einen den Verhältnissen der Grofsindustrie möglichst angepafsten analytischen Diffusionsapparat konstruierte, vermittelst welchem er sich einen zur Untersuchung geeigneten Diffusionssaft herstellte. Er ging dabei von der Ansicht aus, dafs fast eine jede Fabrik nach eigener Methode auf der Batterie arbeitet, und will deshalb die Saftgewinnung je den speziellen Verhältnissen entsprechend regeln. Bei stets gleichen Versuchsbedingungen gelangt man zu untereinander gut vergleichbaren Resultaten. Wenn auch die Brauchbarkeit der Methode von anderen Seiten noch nicht bestätigt ist, so hat sie doch so viel für sich, dafs sie im Rahmen dieses Werkes nicht übergangen werden darf.

Beschreibung des Apparates.

Der Hauptapparat *A* (Fig. 77) zur Aufnahme des Rübenbreies besteht aus einem zylindrischen, ca. 13 cm hohen und ca. 4 cm weiten Glas- oder Metallkörper — dem Diffuseur — von ca. 180 ccm Inhalt für eine Füllung von 130 g Rübenbrei. Derselbe verläuft unten in eine enge Röhre,

[1]) Vereinszeitschrift 1902, 493.

welche in einer scharfen Wendung kurz nach oben gebogen bis über den oberen Rand des zylindrischen Teiles ansteigt, hier eine kurze Strecke wagerecht läuft und schliefslich in einer senkrechten Umbiegung, dem Ausflufs, endet. *B* ist ein rundes, sehr feines Haarsieb, welches auf den Boden des Zylinders eingelegt ist und verhindert, dafs Teile des Rübenbreies in das engere Ansatzrohr eintreten können. Verschlossen ist der Apparat mit einem einmal durchbohrten Gummistopfen, durch welchen ein ┳ Rohr genau bis zum unteren Rande durchgeschoben ist. Das ┳ Rohr besteht dabei

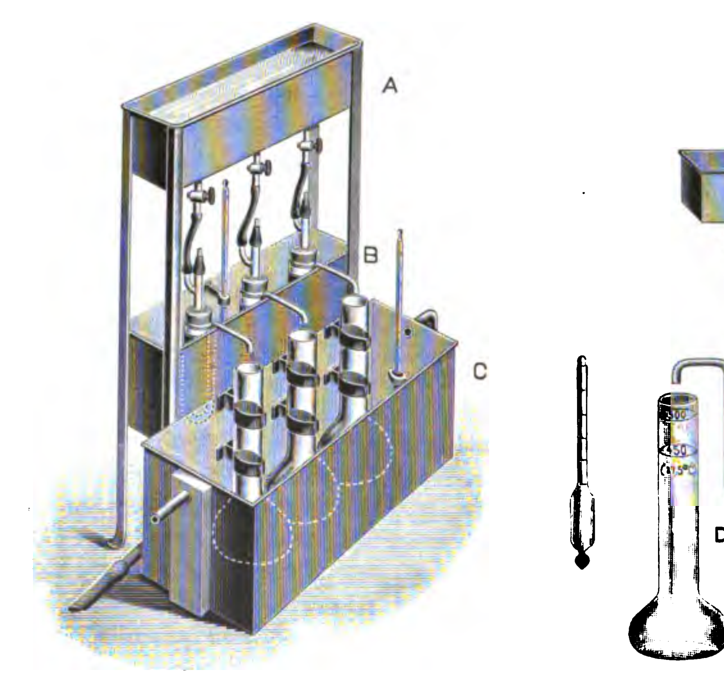


Fig. 76. Diffusionsbatterie nach Stiepel.

Fig. 77. Einzelner Diffuseur mit Standgefäfs.

aus einem weiteren und engeren Rohr, wobei das weitere senkrechte Rohr oben offen und durch Gummischlauch und Glasstäbchen verschliefsbar ist. Das enge Rohr führt zum Wasserreservoir *C*. Die gewählten Gröfsenverhältnisse ermöglichen während der Anfüllung des Diffuseurs mit Wasser neben einem Zulauf desselben bei abgenommenem Glasstopfen des weiteren Rohres einen Austritt der Luft aus dem Diffuseur.

Fig. 76 zeigt die Zusammenstellung mehrerer solcher Einzeldiffuseure zu einer Batterie von drei Gefäfsen. *A* ist ein Wasserreservoir mit drei unteren Wasserausläufen mit Hahnverschlüssen. *B* ist das Wasserbassin, welches die einzelnen Gefäfse, die durch federnde Klemmen

an der vorderen Wand gehalten werden, aufnimmt. Dieses Bassin dient zum Erwärmen der Diffuseure. Mittelst Gummischläuchen wird die Verbindung zwischen den Diffuseuren und dem Wasserreservoir hergestellt. Ferner gehört zum Apparat eine der Zahl der Diffuseure entsprechende Anzahl von Standgefäfsen in geeigneten Gröfsenverhältnissen, welche je eine Marke bei 450 ccm und eine solche bei 500 ccm tragen (Fig. 77 *D*). Dieselben dienen zur Aufnahme des Diffusionssaftes und sind gleichfalls mittelst federnder Klammern in das Kühlbassin *C* eingestellt. Letzteres dient zur Abkühlung der heifsen Diffusionssäfte und ist tunlichst bei Normaltemperatur zu halten, um Korrekturen bei der Spindelung unnötig zu machen. Des weiteren bedarf man zur Ausführung der vorliegenden Methode noch genauer Spindeln, und zwar eine von 2° Brix bis 4,5° Brix reichend und eine zweite von 4° Brix bis 6,5° Brix. Die Spindeln sind mit einer Einteilung versehen, bei welcher der Abstand zweier Teilstriche je 0,05° Brix entspricht.

Arbeitsvorschrift.

Nach Abwiegen von 130,24 g Rübenbrei (5 Normalgewichte) wird derselbe in den Diffuseur gefüllt. Betreffs der Ausführung des Füllens sei kurz bemerkt, dafs der Brei nicht fest eingestampft werden soll. Man tut vielmehr gut, in Zwischenräumen heifses Wasser in den Diffuseur zu geben, wodurch sich der Rübenbrei locker und gleichmäfsig in den Apparat einbettet. Ist der Rübenbrei quantitativ in den Diffuseur gebracht, wodurch derselbe annähernd gefüllt ist, so wird der mit T Stück versehene Stopfen aufgesetzt, wobei das weitere Rohr des T Stückes offen sein mufs. Alsdann wird der Apparat in das Heizbassin gesetzt, ein Zylinder unter den Ausflufs gestellt und der Wasserzulaufhahn geöffnet. Unter Austritt der Luft füllt sich der Diffuseur vollständig und steigt das Wasser zuletzt in dem T Rohr in die Höhe. Nun wird durch Schliefsen des Hahnes für kurze Zeit der Wasserzulauf unterbrochen, um durch Schliefsen des noch offenen weiteren Rohres des T Stückes ein Austreten von Wasser zu verhindern. Bei erneutem Anstellen der Wasserzufuhr kann alsdann das Abziehen des Diffusionssaftes beginnen.

Sind angenähert 450 ccm Saft abgezogen, so wird, um Korrektionen bei der alsbald folgenden Spindelung unnötig zu machen, der Diffusionssaft auf Normaltemperatur gebracht und genau zur 450 ccm-Marke aufgefüllt. Alsdann wird der Zylinder mit einem etwas eingefetteten Stopfen verschlossen und der Inhalt gut durchgemischt. Nach Abnehmen des Stopfens wird die Flüssigkeit gespindelt. Beim Herausnehmen der Spindel spült man diese und event. auch den Stopfen mittelst verdünnter Bleiessiglösung (1 : 3 der normalen Lösung) ab und füllt den Kolben mit derselben Bleiessiglösung bis zur 500 ccm-Marke auf. Nach aber-

maligem gründlichen Durchschütteln wird filtriert und im 200 mm-Rohr polarisiert.

Berechnung des Zuckergehaltes der Rüben und des Reinheitsquotienten des Diffusionssaftes aus den erhaltenen Zahlen.

Da das fünffache Normalgewicht angewendet wurde, ergibt die Polarisation im 200 mm-Rohr bei der Verdünnung des abgezogenen Saftes auf 500 ccm ***direkt den Zuckergehalt der Rüben*** (a).

Wäre eine Verdünnung des Saftes nur bis auf 450 ccm erfolgt — welche Lösung gespindelt wurde —, so würde bei der Polarisation folgender Wert gefunden worden sein:

$$\frac{a \,.\, 500}{450} = a \,.\, 1{,}111.$$

Der dieser Polarisation entsprechende wirkliche Zuckergehalt der Flüssigkeit beträgt also:

$$\frac{a \,.\, 1{,}111 \,.\, 26}{100} = a \,.\, 0{,}2889.$$

Hat die Spindelung ergeben: b Grade Brix, so ist der Reinheitsquotient =

$$\frac{a \,.\, 0{,}2889}{b} = \frac{a}{b \,.\, 3{,}46} \cdot 100.$$

Man hat also die gefundenen Grade Brix mit rund 3,5 zu multiplizieren, wenn man die direkte Polarisation zur Berechnung des Quotienten benutzen will. Oder die Polarisation (a) ist durch 3,5 zu dividieren, um zur Berechnung des Quotienten den Zuckergehalt des gespindelten Saftes zu erhalten. Aus Bequemlichkeitsrücksichten trägt nun die Skala der Spindeln — wie bei den Krause-Spindeln — nicht nur lediglich die Zahlen der wahren Brix-Grade, sondern auf der anderen Seite auch die mit 3,5 multiplizierten Werte der wahren Grade Brix, so dafs bei erfolgter Ablesung dieser Brix-Grade die Division $\frac{\text{Polarisation}}{\text{Grade Brix}} \cdot 100$ den Reinheitsquotienten des Diffusionssaftes ergibt.

Hierzu sei noch folgendes bemerkt: Die bei vorliegender Methode erzielten Diffusionssäfte entsprechen hinsichtlich ihrer Konzentration annähernd dem Krause'schen Digestionssaft. Da sich mit der Spindel die Grade Brix scharf bis auf $+ 0{,}025^{0}$ (Sa. $0{,}05^{0}$) ermitteln lassen und diese Grade mit dem Faktor 3,5 multipliziert werden, so liegt die Fehlergrenze der in Rechnung zu setzenden Grade Brix bei $0{,}09^{0}$ (Sa. $0{,}18^{0}$). Es ist dies eine in vorliegendem Falle schon nicht mehr als ganz unerheblich zu bezeichnende Zahl. Diese Zahl wächst bei stärkerer Verdünnung und würde bei 900 ccm Gesamtauslaugeflüssigkeit, d. h. dem etwa der Technik entsprechendem Quantum, in Sa. 0,36 betragen, wodurch die Genauigkeit des ermittelten Reinheitsquotienten erheblich leiden würde.

Die Vorteile, welche die soeben beschriebene Methode der Zuckerbestimmung in Rüben vermittelst Diffusion bietet, sind zum Teil denjenigen gleich, welche die alkoholische Extraktion gegenüber den Digestionsmethoden bietet.

Abweichungen im Markvolumen und ungenügende Entlüftung sind die Fehlerquellen der letzteren Methoden, welche auch hier umgangen werden.

Der eigentliche Zweck der Methode sollte jedoch nicht die Bestimmung des Zuckergehaltes der Rübe sein, welche immerhin mehr Zeit, Geschicklichkeit und Sorgfalt erfordert wie die meisten in der Technik angewendeten. Es sollte vielmehr eine Methode geschaffen werden, welche in höherem Maſse wie die bislang bekannten Methoden ermöglicht, sich durch Nachahmung des Diffusionsverfahrens auf analytischem Wege durch Bestimmung des Reinheitsquotienten ein Bild von dem Wert der Rüben für die Zwecke der Zuckerfabrikation zu verschaffen.

Für die Technik ist es in dieser Hinsicht von Wert, nicht an absolute streng innezuhaltende Vorschriften gebunden zu sein. Mit der Arbeitsweise hängt dabei natürlich auch der erzielte Reinheitsquotient aufs engste zusammen.

Die Gesichtspunkte, welche dabei in Betracht kommen, sind:

1. Höhe der Temperatur bei der Auslaugung,
2. Diffusionsdauer,
3. Gröſse des Saftabzuges,
4. Stärke der Schnitzel.

Was zunächst Punkt 1 anbetrifft, so kann bei vorliegender Methode jede technich in Betracht kommende Temperatur angewendet werden. Auch die Diffusionsdauer kann beliebig über 30 Minuten hinaus verlängert werden, wobei das hier angeführte Minimum wohl in der Technik nicht erreicht wird.

Da die Gröſse des Saftabzuges bei Auslaugung von 130 g Rüben stets angenähert 450 ccm betragen muſs, so tritt hierin eine nicht zu umgehende Abweichung der Methode von den technischen Verhältnissen hervor. Die gröſste Abweichung beruht jedoch auf der Notwendigkeit der Verwendung eines feinen Breies, wie er vermittelst eines guten Handreibeisens, der Stammer'schen oder ähnlicher Reiben hergestellt wird, und der sorgfältigen Vermeidung der Verwendung grober Stücke.

Trotzdem also auch bei vorliegendem Diffusionsverfahren nicht alle das Resultat der technischen Diffusion beeinflussenden Momente innegehalten werden können, wird dieselbe doch am ehesten geeignet sein, mit dieser direkt vergleichbare Zahlen zu liefern.

Es sind vielfach Koëffiziententabellen zur Umrechnung von scheinbaren auf wahre Reinheiten mit Hilfe von Durchschnittswerten aufgestellt worden. Der Gebrauch derselben kann jedoch nicht empfohlen werden, denn je nach den örtlichen Umständen scheinen die betreffenden Werte veränderlich zu sein. Man hätte dieselben für jede Fabrik neu zu berechnen und auf ihre bleibende Richtigkeit zu kontrollieren.

Um die oft in sehr grofser Anzahl täglich erforderlichen Berechnungen der Reinheitsquotienten zu erleichtern und um Zeit zu gewinnen, sind verschiedene Tabellen aufgestellt worden, aus welchen für gegebene Trockensubstanzen und Zuckergehalte die Reinheiten ohne weiteres direkt abgelesen werden können.

Manche Praktiker verlangen zur Beurteilung der Fabrikprodukte noch vielfach die Berechnung der sogenannten *„Stammer'schen Wertzahl“*. Diese erhält man durch Multiplikation des gefundenen Zuckergehaltes mit dem scheinbaren oder wirklichen Reinheitsquotienten und Division des Produktes durch 100.

Nach dem vorhin angeführten Beispiel berechnet sich die Wertzahl wie folgt:

a) *Wirkliche Wertzahl:*

$$\frac{17{,}82 \,.\, 89{,}90}{100} = 15{,}86.$$

b) *Scheinbare Wertzahl:*

$$\frac{17{,}82 \,.\, 87{,}78}{100} = 15{,}64.$$

Bestimmung des Aschengehaltes und des organischen Nichtzuckers.

Die Bestimmung des Aschengehaltes wird genau in derselben Weise vorgenommen, wie schon S. 143 angegeben wurde. Man mufs jedoch in Anbetracht des hohen Wassergehaltes den im Platinschälchen gewogenen Saft zuerst auf dem Wasserbade eindampfen. Darauf fügt man einige Tropfen konzentrierte Schwefelsäuse hinzu, verkohlt vorsichtig über freier Flamme und beendet die Veraschung in der Platinmuffel oder im Veraschungsofen.

Je nach der Art und Beschaffenheit des zu untersuchenden Saftes nimmt man gröfsere oder kleinere Quantitäten für die Bestimmung. Ein Abmessen desselben mit der Pipette unter nachheriger Umrechnung auf

Gewicht durch Multiplikation mit dem spezifischen Gewicht ist als ungenau zu verwerfen.

Hat man so grofse Flüssigkeitsmengen zu verdampfen, dafs das Schälchen die ganze Menge nicht auf einmal fafst, so wägt man die Substanz in einem Glase ab und bringt sie nach und nach zur Verdampfung in das Aschenschälchen. Die letzten Anteile werden mit der Spritzflasche herausgespült.

Die Berechnung geschieht in genau derselben Weise, wie auf S. 147 angegeben wurde.

Um die Mengenverhältnisse zwischen organischem und anorganischem Nichtzucker zu berechnen, subtrahiert man den gefundenen Salzgehalt vom Gesamtnichtzucker und bezeichnet die Differenz als organischen Nichtzucker.

Wenn also, um uns an das schon mehrfach erwähnte Beispiel zu halten, bei der Bestimmung des Salzgehaltes 0,50 Prozent gefunden wurden, so beträgt die Menge des organischen Nichtzuckers

$$2{,}0 - 0{,}50 = 1{,}50\,\%.$$

Das Gesamtbild der Rübensaftanalyse würde sich also wie folgt gestalten:

Zucker	=	17,82 %
Wasser	=	80,18 „
Salze	=	0,50 „
organischer Nichtzucker . .	=	1,50 „
	=	100,00 %.

Bestimmung des Invertzuckergehaltes.

In den stets alkalischen Dünnsäften der Rohzuckerfabrikation wird kaum eine Invertzuckerbestimmung in Frage kommen, der Diffusionssaft hingegen kann unter besonderen Verhältnissen invertzuckerhaltig sein. So z. B. können schon die frischen Rüben, wenn sie unter ungünstigen Witterungsverhältnissen gewachsen sind, reduzierenden Zucker enthalten (Bestimmung desselben siehe S. 220) oder es können sich auch in den Mieten derartige Stoffe gebildet haben. Ob diese Körper, welche alle reduzierend auf Fehling'sche Lösung einwirken, wirklich Invertzucker sind oder ob wir mit Produkten zu tun haben, welche Zwischenglieder zwischen der Saccharose und den wirklichen Hexosen bilden, oder auch Kondensationsprodukte sind, kann zur Zeit noch nicht entschieden werden, jedenfalls aber ist die Annahme berechtigt, dafs sie aus dem Rohrzucker entstanden sind, und aus diesem Grunde mufs eine etwaige Reduktion der alkalischen Kupferlösung bis auf weiteres als Invertzucker angesprochen

und berechnet werden. Es wäre aber vielleicht empfehlenswerter, die Körper als *„reduzierende Körper“* zu bezeichnen und sie bei der Analyse nur in Milligrammen Kupfer anzugeben.

Bevor hierüber jedoch keine allgemein gültigen Beschlüsse gefafst sind und die tatsächlichen Verhältnisse wirklich klargelegt sind, kann eine Änderung der Bezeichnung nicht vorgenommen werden, so wünschenswert es auch wäre.

Zur Bestimmung dieser Körper bedient man sich der auf S. 221 angegebenen Claafsen'schen Methode, welche hier nicht noch einmal beschrieben werden braucht; es sei nur kurz angegeben, in welcher Weise dieselbe auf Rübensaft angewendet wird.

100 ccm Diffusionssaft werden mit 10 ccm Bleiessig versetzt und nach einiger Zeit filtriert. 55 ccm des Filtrates pipettiert man in einen 250 ccm-Kolben, das überschüssige Blei wird durch Zusatz einer Lösung von Natriumkarbonat ausgefällt, mit Wasser zur Marke aufgefüllt, gut durchgeschüttelt und filtriert. 50 ccm des Filtrates, entsprechend 10 ccm Diffusionssaft, werden mit 10 ccm frisch bereiteter Fehling'scher Lösung in einem Erlenmeyer-Kolben genau 2 Minuten im Sieden erhalten und dann mit der eingestellten Invertzuckerlösung 0,2 prozentig titriert.

Die Berechnung erfolgt in der auf S. 221 angegebenen Weise durch Multiplikation der Differenz der zwischen Titerstellung und Verbrauch sich ergebenden Kubikzentimeter mit 0,002 und mufs der gefundene Invertzuckergehalt dann noch mit 10 multipliziert werden, um denselben in Prozenten zu erhalten.

Bestimmung der Alkalität und des Kalkgehaltes.

Zwischen Alkalität und Kalkgehalt der Säfte ist scharf zu unterscheiden, denn die beiden Begriffe sind absolut voneinander verschieden. Die Alkalität eines Saftes gibt den Gehalt desselben an freiem Alkali an, während man unter dem Kalkgehalt sämtlichen — sowohl freien als auch gebundenen — Kalk versteht. So verschieden wie diese Begriffe sind, so verschieden ist auch die Art der Bestimmung derselben.

Die Bestimmung der Alkalität geschieht durch Titration des Saftes mit irgend einer Säure, deren Wirkungswert bekannt ist, unter Anwendung eines Indikators. Hierzu wird ganz allgemein verdünnte Schwefelsäure benutzt, welche entweder auf $^1/_{10}$ Normal oder auf $^1/_{28}$ Normal eingestellt ist.

Einer der ältesten Gebräuche der Zuckerfabrikation ist der, die Alkalität der Säfte in Kalkoxyd (*CaO*) auszudrücken, d. h. die Alkalität als vom Kalke allein herrührend zu bezeichnen. Es ist dies eine alte gute

Sitte, von der man sich immer noch nicht hat frei machen können. Die Alkalität der Säfte wird natürlich zum grofsen Teil auf einen Kalkgehalt zurückzuführen sein; es finden sich aber in denselben gleichzeitig auch viele andere Stoffe, welche ebenfalls alkalisch reagieren, wie Kalihydrat, Natriumhydrat, Ammoniak, sowie die kohlensauren Salze dieser Basen, so dafs die Alkalität eines Saftes ebensogut als Kali- oder Natriumalkalität ausgedrückt werden könnte.

Um diesen Übelstand zu vermeiden, ist schon von mehreren Seiten vorgeschlagen worden, die Alkalität in Kubikzentimetern $^{1}/_{10}$ Normalschwefelsäure auszudrücken und den Begriff „Kalkalkalität“ ganz fallen zu lassen. Die Bestimmung der Alkalität würde sich also folgendermafsen gestalten, dafs man 10 ccm des zu untersuchenden Saftes mit $^{1}/_{10}$ Normalschwefelsäure titriert und die zur Neutralisation verbrauchten Kubikzentimeter als die Alkalität des Saftes bezeichnet.

Es ist dies sehr bequem, sowohl für den Arbeiter als auch für den Fabrikbeamten, und entspricht absolut den Tatsachen.

Soll die Alkalitätsbestimmung die Alkalität als Kalkalkalität direkt angeben, so arbeitet man mit einer $^{1}/_{28}$ Normalschwefelsäure, der sogenannten „Probesäure“. Die $^{1}/_{28}$ Normalsäure stellt man sich her, indem man 100 ccm $^{1}/_{1}$ Normalsäure mit 180 ccm destilliertem Wasser verdünnt oder, da ziemlich grofse Mengen Probesäure verbraucht werden, durch Verdünnung von 10 l $^{1}/_{1}$ Normalsäure mit 18 l Wasser. Von dieser verdünnten Säure entspricht jeder Kubikzentimeter 0,01 Prozent Kalkoxyd. Verbraucht man also z. B. für 10 ccm Saft 2,3 ccm Säure, so hat derselbe eine Kalkalkalität von 0,23. In dem weiteren Stadium der Saftbehandlung, wo die Alkalität bedeutend geringer ist, arbeitet man zur Bestimmung derselben mit einer noch zehnfach verdünnten Säure, also mit $^{1}/_{280}$ Normalsäure. Ein jeder Kubikzentimeter dieser letzteren Säure entspricht alsdann 0,001 Volumprozent Kalkoxyd.

Es ist nicht ratsam, von diesen Lösungen allzu grofse Mengen zu bereiten, da die Haltbarkeit derselben eine begrenzte ist. Es bilden sich in denselben leicht flockige Ausscheidungen, welche zum Teil auf die Wirkung von Mikroorganismen zurückzuführen sind, was sehr leicht unter dem Mikroskop beobachtet werden kann.

Die bei der Alkalitätsbestimmung benutzten Indikatoren sind Phenolphtaleïn, Lackmus oder auch Rosolsäure. Die Ansichten über dieselben betreffs ihrer Verwertbarkeit gehen noch ziemlich auseinander.

Die in der Alkalimetrie angewendeten Indikatoren sind entweder schwache Säuren oder, wie das Phenolphtaleïn, säureähnliche Körper alkoholischer Natur. Die Verbindungen derselben mit Basen sind stets anders gefärbt als die Säure. Phenolphtaleïn ist die schwächste, Rosolsäure die stärkste Säure. Aus diesem Grunde wird das Phenolphtaleïn

schneller selbst durch sehr schwache Säuren aus ihren basischen Verbindungen frei gemacht werden, als die Rosolsäure, welche dazu stärkerer Säuren bedarf; werden nun Säfte titriert, welche stets Säuren enthalten, die stärker als Phenolphtaleïn und schwächer als Rosolsäure sind, so wird bei Anwendung des ersteren Indikators stets der Farbenumschlag eher erfolgen als bei letzterem. Aus diesem Grunde ist die Phenolphtaleïnalkalität stets geringer als die mit Rosolsäure erthaltene.

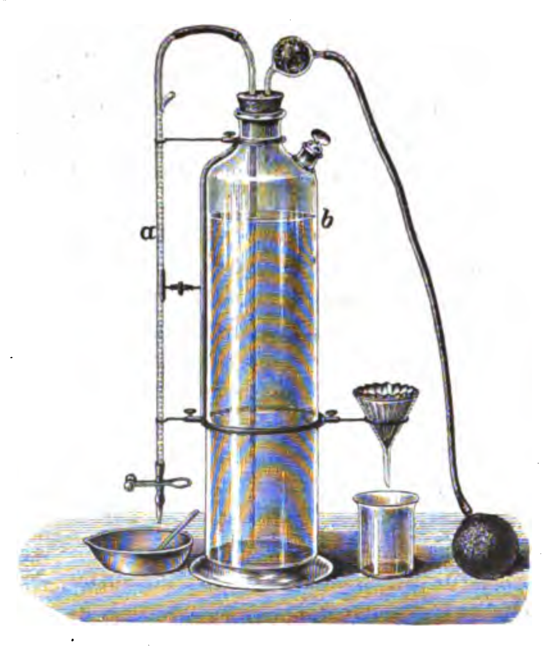


Fig. 78. Titrierapparat nach Kappus zur Bestimmung der Alkalität.

Vielfach wird noch empfindliche Lackmustinktur als Indikator benutzt. Nach Herzfeld's Untersuchungen[1]) ist es aber am besten, Phenolphtaleïn anzuwenden, denn nur derjenige Saft oder Zucker ist gesund, welcher gegen Phenolphtaleïn alkalisch reagiert. Ein Produkt, welches mit Rosolsäure eine alkalische Reaktion gibt, braucht deshalb noch keineswegs phenolphtaleïnalkalisch zu sein.

Jedenfalls ist es absolut erforderlich, bei vergleichenden Untersuchungen stets denselben Indikator zu verwenden, und ebenso sollen die Temperaturen der zu untersuchenden Säfte nicht allzu sehr voneinander verschieden sein, da heifse Lösungen andere Resultate ergeben als kalte.

Sind Karbonate zugegen, so bedient man sich des Methylorange als Indikator; es ist dasselbe aber in der Zuckerindustrie noch wenig erprobt, trotzdem es für die gegebenen Verhältnisse sehr geeignet ist (siehe Indikatoren).

Zur Aufbewahrung der Säure empfiehlt es sich, eine Flasche zu verwenden, aus welcher man die erstere direkt in eine Bürette drücken kann, wie z. B. Knöfler's Titrierapparat, welcher auf S. 125 abgebildet ist. Fig. 78 zeigt den sehr einfachen Titrierapparat mit selbsttätiger Null-

[1]) Vereinszeitschrift 1893, 631.

punkteinstellung nach Kappus. Derselbe besteht in seinen Hauptteilen aus der Bürette *a* und der Vorratsflasche *b*, in welcher die Säure aufbewahrt wird. Bürette und Flasche sind miteinander verbunden. Prefst man nun mittelst des Gummiballes Luft auf die Säure, so steigt letztere durch das Glasrohr in die Bürette. Ist diese bis zum Nullpunkt gefüllt, so beendet man den Druck auf den Ball, die Säure tritt in das Rohr zurück und stellt sich auf den Nullpunkt ein. Der sehr einfache und praktische Apparat kann mit Leichtigkeit von jedem Arbeiter bedient werden.

Soll nun eine Alkalitätsbestimmung ausgeführt werden, so versetzt man 10 ccm der zu untersuchenden Flüssigkeit mit einigen Tropfen Phenolphthaleïnlösung und setzt so lange Säure hinzu, bis die rote Farbe in Farblos umschlägt. Dieser Farbenumschlag ist sehr scharf und kann bei fast jeder Beleuchtung deutlich erkannt werden.

Der Kalkgehalt kann nach zwei Methoden ermittelt werden:

1. wenn man den Kalk mit oxalsaurem Ammoniak ausfällt, den oxalsauren Kalk abfiltriert und entweder durch Glühen als Kalkoxyd oder durch Titration mit Kaliumpermanganat bestimmt. Es erfordert dies aber ziemlich viel Zeit und Arbeit, so dafs man von diesen Arbeitsweisen für den Betrieb absehen mufs;
2. durch Titration mit alkoholischer Seifenlösung. Nach Rümpler[1]) geschieht die Ausführung der Bestimmung am besten in einem von ihm konstruierten Schüttelfläschchen, welches von J. H. Büchler in Breslau bezogen werden kann.

Das Schüttelfläschchen hat die Form einer Kindersaugflasche; sein Hals ist gerade so weit, dafs man ihn bequem mit dem Daumen verschliefsen kann; es hat einen Inhalt von etwa 225 ccm und ist mit zwei Marken für 100 und 200 ccm versehen. Die 200 ccm-Marke befindet sich am Halse.

Bei der Ausführung der Untersuchung bringt man mittelst einer Pipette 5 ccm Saft in das Fläschchen, füllt mit absolut kalkfreiem Wasser — dasselbe mufs mit oxalsaurem Ammon geprüft sein — auf 100 auf, setzt dann, am bequemsten aus einer Stehbürette, die titrierte alkoholische Seifenlösung zu und schüttelt kräftig um, indem man die Flasche mit dem Daumen der linken Hand verschliefst. Bei Anwesenheit von Kalk trübt sich die Flüssigkeit durch Ausscheidung von Kalkseife. War der Zusatz von Seifenlösung ungenügend, so wird *sämtliche* Seife ausgeschieden; die Flüssigkeit schäumt deshalb *nicht*. Man setzt nun nach und nach immer neue Portionen zu, indem man jedesmal neu schüttelt; sobald sich ein *grofsblasiger Schaum* zeigt, der schnell wieder zerfällt, fängt man an vor-

[1]) Rümpler, Die Nichtzuckerstoffe der Rüben, Braunschweig 1898, 477.

sichtiger zuzusetzen (etwa halbe Kubikzentimeter), bis schliefslich der Schaum feinblasig wird und einige Minuten lang etwa 10 mm hoch stehen bleibt. Dies ist die *Endreaktion*, die man sich gut einüben und scharf einprägen mufs, will man zuverlässige Resultate haben; dann aber ist die Methode, technisch betrachtet, ungemein genau, bei weitem genauer als die Alkalitätsbestimmung. Bei einiger Übung dauert die Titrierung mit Seifenlösung etwa 2 Minuten. Im übrigen zeigt der Ton, welcher beim Schütteln entsteht, das nahende Ende der Reaktion an. Solange noch keine Schaumbildung eintritt, ist der Schlag hart, je mehr aber Seifenlösung zugesetzt wird, desto weicher wird der Ton. Hat man die Bestimmung erst einige Male gemacht, so hört man ganz genau, wenn man mit dem Seifenzusatz vorsichtiger werden mufs.

Um aus der verbrauchten Seifenlösung den Gehalt des Saftes an Kalk zu erhalten, benutzt man nachstehende Tabelle, die Rümpler aus den Versuchen von Faifst und Knaufs für Clark'sche Seifenlösung durch Interpolation berechnet und fast für jede Zahl im Laufe der Jahre mit Oxalsäure kontrolliert hat (siehe oben).

(Siehe die Tabelle S. 251).

Bei dieser Titriermethode kann sich nur dann kräftiger Schaum bilden, wenn ein gewisser Überschufs Seife zugesetzt ist. Dieser schwankt zwar nur in gewissen Grenzen, bedingt aber bei sehr kalkarmen Säften eine gewisse Unsicherheit. Dies vermeidet man aber durch Verwendung von 20 ccm Saft. Der aus der Tabelle abzulesende Kalkgehalt mufs dann natürlich durch 4 dividiert werden.

Ist in den Säften sehr viel Kalk vorhanden, so ist die Tabelle nicht zureichend. In diesem Falle pipettiert man wie gewöhnlich 5 ccm Saft in das Schüttelfläschchen, verdünnt auf 200, schüttelt gut durch und bringt von der verdünnten Lösung 100 ccm = $2^1/_2$ ccm Saft in ein zweites Fläschchen, titriert in der gewohnten Weise und multipliziert das Resultat mit 2.

Über die Herstellung der Seifenlösung siehe Anhang.

Die Bestimmung der Farbe.

Zur Bestimmung der Farbe bedient man sich des Stammer'schen Farbenmafses. Es wird jedoch wohl kaum eine derartige Untersuchung gefordert werden, weshalb hier nicht weiter darauf eingegangen werden kann und auf die dem Apparate beiliegende Gebrauchsanweisung verwiesen wird. (Siehe auch S. 163 ff.)

Rümplers Tabelle zur Ermittelung des Kalkgehaltes in Säften.

Verbrauchte Seifenlösung ccm	Gesamtkalk in 100 ccm Saft mg	Volumprozente	1 cbm Saft enthält Kalk kg	Verbrauchte Seifenlösung ccm	Gesamtkalk in 100 ccm Saft mg	Volumprozente	1 cbm Saft enthält Kalk kg
10	43	0,043	0,430	30	151	0,151	1,510
11	48	0,048	0,480	31	156,5	0,157	1,565
12	53	0,053	0,530	32	162,5	0,163	1,625
13	58,5	0,059	0,585	33	168,5	0,169	1,685
14	64	0,064	0,640	34	174,5	0,175	1,745
15	69	0,069	0,690	35	180	0,180	1,800
16	74	0,074	0,740	36	186	0,186	1,860
17	80	0,080	0,800	37	192	0,192	1,920
18	85	0,085	0,850	38	197,5	0,198	1,975
19	90,5	0,091	0,905	39	203,5	0,204	2,035
20	95,5	0,096	0,955	40	209,5	0,210	2,095
21	101	0,101	1,010	41	215	0,215	2,150
22	106,5	0,107	1,065	42	221	0,221	2,210
23	112	0,112	1,120	43	227,5	0,228	2,275
24	117,5	0,118	1,175	44	234	0,234	2,340
25	123	0,123	1,230	45	240	0,240	2,400
26	128,5	0,129	1,285	46	246	0,246	2,460
27	134	0,134	1,340	47	252,5	0,253	2,525
28	140	0,140	1,400	48	258,5	0,259	2,585
29	145,5	0,146	1,455	49	265	0,265	2,650

b) Dicksäfte und Füllmassen.

Bestimmung des spezifischen Gewichtes.

Die Bestimmung des spezifischen Gewichtes der Dicksäfte kann vermittelst des Saccharimeters, der Senkwage oder auch am genauesten vermittelst des Pyknometers geschehen. Zweckmäfsig sieht man jedoch von dem Gebrauche der Senkwage ab und arbeitet entweder mit der Spindel oder, was immer vorzuziehen ist, mit dem Pyknometer.

Am einfachsten gestaltet sich die spezifische Gewichtsbestimmung unter Anwendung eines 50 ccm-Kölbchens, dessen Hals kurz, ca. 1 cm über der Marke abgesprengt ist. Durch das Absprengen vermeidet man das Anhaften von Tropfen am Halse, aufserdem wird das Einstellen zur Marke dadurch wesentlich erleichtert.

Der auf Normaltemperatur abgekühlte Dicksaft wird in einem sehr dünnen Strahle in das tarierte, absolut trockene Kölbchen gegossen, bis die Marke beinahe erreicht ist. Das noch Fehlende läfst man mit einem Glasstabe hinzutropfen und nimmt einen etwaigen Überschufs wieder mit dem Stabe heraus.

Nun wird gewogen; das Gewicht des Inhaltes mit $\frac{2}{100}$ oder $\frac{1}{50}$ multipliziert gibt das gesuchte spezifische Gewicht.

Bei der Bestimmung des spezifischen Gewichtes von Melassen gestaltet sich die Sache nicht so einfach als bei reineren, nicht zähflüssigen Säften. Die Melasse ist häufig von kleinen Luftbläschen durchsetzt, aufserdem enthält die Melasse vielfach mechanische Verunreinigungen, welche auf das spezifische Gewicht einwirken und zuweilen die Ausführung der Bestimmung sehr erschweren.

Um diese Übelstände zu vermeiden, wird die Melasse in dem in Fig. 79 abgebildeten Apparate erwärmt. Derselbe besteht aus einem ca. 10 cm weiten Trichter, welcher durch einen eingeschliffenen Glasstab unten verschlossen ist. Dieser wird mit der betreffenden Melasse gefüllt und in das zum Teil mit kochendem Wasser gefüllte Wasserbad gehängt. Die Melasse erwärmt sich schnell und die Luftbläschen steigen zusammen mit dem gröfsten Teil der Verunreinigungen in die Höhe, wo sie eine dichte Schaumdecke bilden. Sand und dergleichen setzt sich in der Spitze ab. Nun entfernt man den Trichter und hängt ihn in ein Filtriergestell, lüftet vorsichtig den Glasstab und spült somit die schweren Schmutzteile heraus.

Dann läfst man die reine Melasse in einem dünnen Strahle in das gewogene und stark angewärmte Kölbchen fliefsen, wobei zu beachten ist, dafs der Hals sauber und rein bleibt, füllt dasselbe bis ungefähr 3 cm von der Marke und läfst zuerst in der Luft, dann in kaltem Wasser auf Normaltemperatur erkalten, trocknet es sorgfältig ab und wägt.

Nach der Wägung füllt man äufserst vorsichtig bis zur Marke mit Wasser von Normaltemperatur, stellt genau ein und wägt wieder. Überschichtet man die kalte Melasse auf diese Weise mit Wasser, so mufs das letztere völlig ungefärbt sein. Durch diese letzte Wägung erfährt man, wie viel Gramm Wasser erforderlich waren, um das ganze Volumen des Kölbchens auszufüllen, und kann nun durch Rechnung das spezifische Gewicht ermitteln.



Fig. 79. Wasserbad zur Erwärmung und Entluftung der Melasse.

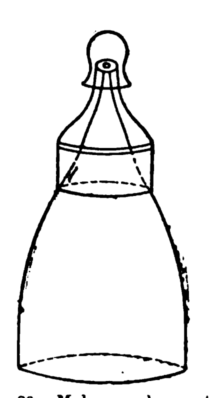


Fig. 80. Melassepyknometer.

Hat man z. B. den Inhalt des Kolbens = A, das Gewicht der Melasse = B und das Volumen der Melasse, d. h. A — Wasserzusatz = C, so ergibt sich das spezifische Gewicht nach der Formel:

$$\frac{B}{C} = \text{spezifisches Gewicht.}$$

Man kann auch das Entluften in dem Kölbchen selbst vornehmen, indem man die Melasse unentluftet einfüllt, wägt und dann durch Einstellen in kochendes Wasser die Luft austreibt.

Im Vereinslaboratorium in Berlin[1]) benutzt man ein zur Feststellung des spezifischen Gewichtes besonders geeignetes Pyknometer (Fig. 80). Das

[1]) Baumann, Korrespondenzblatt 1891, 7.

zylindrische Kölbchen von ca. 25 bis 30 ccm Inhalt ist, wie aus Fig. 80 ersichtlich, durch einen durchbohrten Glasstopfen verschlossen, der oben in eine etwa 2 cm lange Kapillarröhre verjüngt ist. Auf letztere ist eine kleine Glaskappe aufgeschliffen.

Um den Inhalt des Pyknometers zu ermitteln, füllt man es nach Abnahme des Stopfens mit Wasser von Normaltemperatur und setzt dann mit einem kleinen Ruck den Stopfen ein. Dabei wird das überschüssige Wasser herausgedrängt und die Kapillare mit Wasser gefüllt. Eine auf dem Röhrchen befindliche kleine Wasserkuppe wischt man glatt ab, setzt die Glaskappe auf, trocknet ab und wägt.

Das trockene Gläschen füllt man dann mit Melasse zu $^1/_2$ bis $^2/_3$ an, ohne sie vorher entluftet zu haben, indem man darauf achtet, dafs die Melasse gerade hineinläuft, ohne die Wandung zu beschmutzen. Dann wägt man, um das Gewicht der Melasse zu ermitteln, und stellt darauf das Kölbchen in ein siedendes Wasserbad, um die Luftblasen zu vertreiben. Die Melasse im Kochsalzbade bis zum völligen Sieden zu erhitzen, ist nicht zu empfehlen, da dabei namentlich bei stark alkalischen oder invertzuckerhaltigen Melassen Zersetzungen eintreten können. Wenn der Sirup frei von Luftblasen ist und nur auf der Oberfläche ein feiner Schaum sich befindet, so kühlt man auf Normaltemperatur ab, füllt mit Wasser von Normaltemperatur an, wartet nur so lange, bis der Schaum gerade zergangen und die darin eingeschlossene Luft an die Oberfläche gestiegen ist und verschliefst dann das Pyknometer wie oben beschrieben. Aus den Wägungen berechnet man nach der vorhin angegebenen Formel das spezifische Gewicht.

Wenn die Melasse sehr schaumig oder mechanisch verunreinigt oder auch sehr dickflüssig ist, tut man gut, sie vor dem Einfüllen in das Pyknometer auf dem Dampf- oder Wasserbade zu erwärmen, bis sie dünnflüssig ist, ohne jedoch die völlige Entluftung abzuwarten. Im Vereinslaboratorium verwendet man hierzu kupferne Gefäfse, die am Boden ein Rohr mit Hahn besitzen und mit einem Uhrglase bedeckt werden.

Will man das spezifische Gewicht in Graden Brix ausgedrückt haben, so benutzt man hierzu die Vergleichstabelle S. 93 ff.

In den „Ausführungsbestimmungen zum Zuckersteuergesetz vom 27. Mai 1896“, Anlage A 2,[1]) findet sich folgende Bestimmung zur „Ermittelung des spezifischen Gewichtes nach Brix für Zuckerabläufe mit weniger als 2 Prozent Invertzucker“. In einem tarierten Becherglase werden 200 bis 300 g des zu untersuchenden Zuckerablaufes abgewogen. Man fügt alsdann 100 bis 200 ccm heifses destilliertes Wasser hinzu, rührt mit einem Glasstabe so lange vorsichtig (um das Glas nicht zu zerstofsen) um, bis der Ablauf sich vollständig im Wasser gelöst hat, und stellt das Becherglas in kaltes Wasser, bis der Inhalt ungefähr Zimmertemperatur

[1]) Siehe auch S. 171, Vorschriften von 1903.



angenommen hat. Hierauf stellt man das Becherglas wiederum auf die Wage und setzt aus einer Spritzflasche vorsichtig noch so viel Wasser hinzu, daſs das Gewicht des im ganzen hinzugesetzten Wassers gleich demjenigen der verwendeten Menge des Zuckerablaufes ist. Waren beispielsweise 251 g Zuckerablauf zur Untersuchung abgewogen worden, so ist so lange Wasser hinzuzusetzen, bis die Flüssigkeit 502 g wiegt. Nach dem Hinzufügen des Wassers rührt man die Flüssigkeit nochmals um und füllt damit den zur Vornahme der Spindelung bestimmten Glaszylinder so weit, daſs die Flüssigkeit durch das Einsenken der Brix'schen Spindel nicht ganz bis zum oberen Rande steigt. Der Zylinder muſs senkrecht aufgestellt werden, so daſs die Spindel frei in der Flüssigkeit schwimmen kann, ohne seine Wandung zu berühren. Man senkt die Spindel langsam in die Flüssigkeit ein und achtet dabei darauf, daſs derjenige Teil des Instrumentes nicht benetzt wird, welcher auſserhalb der Flüssigkeit verbleibt, nachdem es freischwimmend zur Ruhe gekommen ist. Ist letzteres geschehen, so liest man ab und korrigiert nach der Temperaturtabelle S. 75 ff.

Nach der Berichtigung sind die Grade Brix in der Weise auf volle Zehntelgrade abzurunden, daſs 5 und mehr Hundertstel als 1 Zehntelgrad gerechnet und geringere Beträge weggelassen werden.

Die ermittelten Grade sind schlieſslich mit 2 zu multiplizieren, weil die zur Spindelung verwendete Menge mit der gleichen Menge Wasser verdünnt worden ist.

Es braucht hierzu wohl kein Beispiel angeführt zu werden. Die Methode ist speziell für die „Steuerstellen“ bestimmt, wird aber wohl auch vielfach der Bequemlichkeit halber an anderen Stellen ausgeführt. Jedenfalls steht sie bezüglich der Genauigkeit der pyknometrischen Bestimmung weit nach.

Bestimmung des Zuckergehaltes.

Bezüglich der Bestimmung des Zuckergehaltes von Dicksäften, Sirupen, Melassen und Füllmassen wird auf das auf S. 134 Gesagte hingewiesen. Man wägt das Normalgewicht ab, löst es zu 100 ccm und polarisiert im 200 mm-Rohr. Sind andere optisch aktive Körper vorhanden, so arbeitet man nach den ebenda angegebenen Clerget'schen usw. Vorschriften.

Da es sehr schwierig ist, bei der Untersuchung von zähflüssigen Melassen oder Füllmassen das Normalgewicht genau abzuwägen, so wägt man eine beliebige Menge ab, löst zu 100 und rechnet auf das Normalgewicht um.

Beispiel. Es wurden gewogen 24,1404 g Füllmasse, welche zu 100 ccm gelöst im 100 mm-Rohr + 35,6 polarisierten. Danach berechnet

sich die Polarisation des Normalgewichtes im 200 mm-Rohr polarisiert wie folgt:

$$35,6 \,.\, 2 = 71,2 \text{ Polarisation im 200 mm-Rohr;}$$

dann verhält sich:

$$24,1404 : 71,20 = 26 : x = 76,6\,\% \text{ Zucker.}$$

Bestimmung des Wasser- und Nichtzuckergehaltes.

Die Bestimmung des Wassergehaltes erfolgt durch Austrocknen der mit Sand vermischten Substanz, wie auf S. 139 angegeben. Der Nichtzuckergehalt berechnet sich ebenfalls in der auf S. 245 angegebenen Weise.

Bestimmung des Aschengehaltes.

3 g werden nach der auf S. 143 angegebenen Scheibler'schen Methode verascht.

Bestimmung der Alkalität.

10 g Substanz werden mit neutralem Wasser (siehe S. 150) reichlich verdünnt und dann in der auf S. 246 angegebenen Weise entweder mit $^1/_{10}$ Normal- oder $^1/_{28}$ Normal-Schwefelsäure titriert. Indikator: Phenolphtaleïn.

Bestimmung der Farbe.

Die Bestimmung der Farbe erfolgt nach den auf S. 163 gegebenen Vorschriften.

Bestimmung des Invertzuckers.

Zur Ermittelung des Invertzuckergehaltes verfährt man nach den auf S. 152 ff. beschriebenen Methoden. Ist ein Zusatz von Bleiessig erforderlich, so mufs das überschüssige Blei durch Zusatz von Sodalösung entfernt werden.

Bestimmung der Raffinose.

Die Bestimmung der Raffinose erfolgt nach den S. 160 ff. gegebenen Vorschriften.

Bestimmung des Kristallgehaltes der Füllmassen.

Zur Bestimmung des Kristallgehaltes in der Füllmasse benutzt man am besten die Versuchszentrifuge, denn mit ihrer Hilfe kann man Resultate erzielen, welche denen der Praxis entsprechen. Man kann die Füllmasse mehr oder weniger decken und so ganz dem Fabrikbetriebe angemessene Reinheiten erzielen. Die besten dieser Zentrifugen werden von F. Rafsmus in Magdeburg nach dem System Dr. Brumme gebaut, sind aber leider noch etwas sehr teuer.

Nach Pellet[1]) verfährt man zur Kristallbestimmung in der Füllmasse und zur Untersuchung von Rohzuckern hinsichtlich der Korngröfse folgendermafsen:

1. Man mische die zu untersuchende Füllmasse, Zuckerprobe usw. gehörig durch.
2. Man wiegt je nach der Gröfse der vorhandenen Zentrifuge 200 bis 300 g ab. Die dazu benutzte Wage mufs eine Tragfähigkeit von 2 bis 5 kg besitzen und Dezigramme noch angeben. Als Gefäfs benutzt man einen mit Ausgufs versehenen Topf aus Weifsblech.

   Man wiegt so viel Füllmasse ab, dafs der gewonnene Zucker nach dem Auswaschen

bei	14	cm	Trommeldurchmesser	100	bis	125 g
„	18	„	„	150	„	175 „
„	20	„	„	200	„	250 „

   wiegt.

[1]) Zeitschrift 1898, 271; Sucr. belge, Supplement 31. Aug. 1897; Jahresbericht 98, 130.

Um die Rechnung zu vereinfachen, runde man das Gewicht der Füllmasse auf 200, 250, 300 g usw. ab.

3. Man setzt eine gleiche Menge einer kalt gesättigten Zuckerlösung hinzu. Ein geringer Überschufs schadet nichts, ist vielmehr von Nutzen.
4. Man mische das Ganze einige Minuten tüchtig durch, bis die Kristalle von dem anhängenden Sirupe befreit erscheinen; je besser man durchmischt, desto besser gelingt der Versuch.
5. Man lasse die Zentrifuge zunächst langsam laufen und schüttet das Gemisch in dieselbe hinein. Das Sieb der Zentrifuge soll demjenigen der Betriebszentrifugen ziemlich gleichwertig sein, so dafs der Ablaufsirup und das Feinkorn durch das Sieb hindurchgehen.
6. Ist die ganze Masse in der Zentrifuge und sämtliche Kristalle aus dem Blechbehälter mittelst Zuckerlösung und eines mit Gummi überzogenen Glasstabes in die Zentrifuge gebracht, so läfst man diese schneller laufen, wobei man darauf achtet, dafs die Masse nicht mehr wie etwa zwei Drittel der Siebhöhe einnimmt.
7. Nun giefst man mittelst eines geeigneten Blechgefäfses 50 ccm der Deckflüssigkeit No. 2 in die Zentrifuge, indem man die Flüssigkeit an der Spindel der Trommel herabgiefst, wodurch sich dieselbe gleichmäfsig über den ganzen Zucker verteilt.

   Diese Operation wird mit je 50 ccm der Deckflüssigkeit 3, 4, 5 und 6 wiederholt. Die Herstellung derselben ist weiter unten angegeben.
8. Ist die erforderliche Einrichtung vorhanden, so leitet man warme Luft in die im Gange befindliche Zentrifuge.
9. Nun wird die Zentrifuge arretiert, auseinandergenommen, Trommel und die darin befindlichen Kristalle gewogen. Nach Abzug des Gewichtes der Trommel erhält man das Gewicht des aus der Füllmasse gewonnenen feuchten Zuckers.

Beispiel.

Gewicht der Trommel + des aus 300 g Füllmasse gewonnenen Zuckers in Kristallen	1,310 kg
Gewicht der Trommel allein	1,150 „
Also feuchter Zucker	0,160 kg.
Mithin feuchter Zucker in 100 g Füllmasse	53,33 g
Dieser enthielt Wasser	0,26 „
Also trockener Zucker in 100 g Füllmasse	53,07 g.

Der abgeschleuderte Zucker wird an der freien Luft bei gelinder Wärme getrocknet. Man wiegt dann von dem trockenen Zucker 100 g ab und läfst diese eine Reihe übereinandergestellter Siebe passieren. Die

Nummern dieser Siebe mögen sein: 4, 6, 8, 14, 20, 30, 40, 50, 65, 80, 90, 100, 160 und 200 oder auch nur No. 40 bis 80 einschliefslich.

Will man die Menge des Feinkornes in der Füllmasse bestimmen, so kleidet man die Zentrifuge mit einem Siebe No. 200 aus und schleudert den Ablaufsirup nochmals vorsichtig ab. Den zurückbleibenden Zucker deckt man mit den alkoholischen Zuckerlösungen ab, trocknet und wiegt ihn auf einer empfindlichen Wage. Man findet auf diese Weise 2 bis 20 g Feinkorn.

Herstellung der Deckflüssigkeiten. Zunächst bereitet man sich mehrere Kilo gewöhnlicher gesättigter Zuckerlösung.

Zu diesem Zwecke nimmt man beispielsweise 2 l Wasser und 4,4 kg gestofsene Raffinade. Man schüttelt den Zucker in das erwärmte Wasser, rührt um, bis sich alles gelöst hat, und läfst abkühlen.

Diese Lösung wird mit No. 1 bezeichnet. Nach einigen Stunden scheiden sich aus derselben noch Zuckerkristalle aus.

Zur Herstellung der Lösung 2 versetzt man 50 bis 60 ccm Alkohol (denaturierter oder nicht denaturierter Brennspiritus oder 90prozentiger Alkohol) mit 250 ccm der Lösung 1.

Die Lösungen 3, 4, 5 erhält man durch Vermischen von bezw. 150, 200 und 250 ccm mit 150, 75 und 5 ccm der Lösung 1.

Die Lösung No. 6 besteht aus reinem Alkohol von 95 oder 96°.

Hat man keinen starken Alkohol, so nimmt man 90prozentigen oder auch wohl denaturierten oder nicht denaturierten Brennspiritus. Nur enthält der dann gewonnene Zucker noch 0,8 bis 1,2 Prozent Wasser, besonders wenn die Zentrifuge nicht sehr schnell läuft und auch die Vorrichtung zum Einblasen heifser Luft fehlt.

Die ersten alkoholischen Ablaufsirupe kann man aufbewahren und zu anderen Versuchen wieder benutzen, nur die letzte Decke mufs mit reinem Alkohol erfolgen.

Bei der Herstellung der Deckflüssigkeiten braucht man bezüglich des Alkoholgehaltes nicht allzu genau verfahren.

Bei Untersuchung von Rohzuckern wiegt man nur die Hälfte des bei der Untersuchung von Füllmasse angewendeten Gewichtes ab.

Eine Zusammenstellung anderer Methoden findet sich in der Vereinszeitschrift 1894 S. 892 und Jahrg. 1898 S. 271, worauf hier verwiesen wird.

In neuester Zeit beschrieb Urban eine ***indirekte*** Methode, welche einfach auszuführen ist und eine genügende Genauigkeit besitzt.

Mischt man Füllmasse in einem bestimmten Verhältnisse mit einer Flüssigkeit, welche, ohne die Zuckerkristalle anzugreifen, nur den Sirup auflöst, so kann man aus dem Zuckergehalte des Filtrates und aus dem Gesamtzuckergehalte der Füllmasse nebst zugesetzter Flüssigkeit die in der ursprünglichen Substanz enthaltene Kristallmenge berechnen.

Hierzu eignet sich eine Auflösung von Zucker in 70prozentigem Alkohol, welchem auf 1 l 50 ccm Essigsäure zugesetzt ist. 100 g dieses Alkohols lösen bei gewöhnlicher Temperatur ca. 12 g Zucker. Die Lösung stellt man sich am einfachsten so her, dafs man die berechnete Menge Wasser zu gewöhnlichem Alkohol setzt. In dem Wasser löst man vorher unter Erwärmen so viel Zucker, dafs die entstehende Alkoholmischung mit Zucker übersättigt ist. Nach dem Erkalten fügt man auf je 1 l 50 ccm Essigsäure zu, trägt ferner auf je 1 l etwa 50 g feingepulverten Zucker ein, läfst unter bisweiligem Umschütteln eine halbe Stunde stehen, filtriert einen Teil der Lösung ab und polarisiert in einer gläsernen Polarisationsröhre. Nun versetzt man die Lösung mit einer neuen Menge Zuckerpulver, schüttelt um, polarisiert abermals und wiederholt dies so oft, bis die Polarisation der Lösung, die (infolge Aufhebung des Übersättigungszustandes) stetig abnimmt, konstant geworden ist. Die so erhaltene Flüssigkeit wird filtriert und ist nach genauer Feststellung ihres Zuckergehaltes zum Gebrauche fertig, vorausgesetzt, dafs die Temperatur beim Anstellen der Versuche nicht wesentlich (nicht mehr als etwa 2° C.) von derjenigen verschieden ist, bei der die Lösung hergestellt wurde.

Mit Hilfe dieser Flüssigkeit bestimmt man den Kristallgehalt einer Füllmasse folgendermafsen:

Auf einer guten Tarierwage wägt man 30 bis 50 g der Füllmasse in ein Becherglas von etwa 200 ccm ein. fügt das gleiche Gewicht obiger gesättigter Zuckerlösung hinzu und mischt unter Benutzung eines Glasstabes, mit dem man etwa vorhandene Klümpchen zerdrückt. Bei normalen Füllmassen ist diese Arbeit in kaum einer Minute beendet; jedenfalls mufs man aber so lange rühren, bis alle Knötchen völlig gleichmäfsig zerteilt sind. Man läfst nun die Mischung eine Zeit lang stehen, während derer man das Becherglas mit einem Urglase bedeckt hält; die grofsen Kristalle setzen sich hierbei zu Boden, während sich das Feinmehl darüber schichtet. Auch wenn die Masse gut gemischt war, dauert es stets einige Zeit, bis der gesamte Sirup von der Zusatzflüssigkeit aufgenommen worden ist; binnen einer halben Stunde, während derer man das Gefäfs mehrmals umschwenkt bezw. umschüttelt, pflegt jedoch diese Auflösung in allen Fällen beendet zu sein. Man mischt nun noch einmal tüchtig durch, filtriert in ein tariertes 50 ccm-Kölbchen (das nicht trocken zu sein braucht) eine zur Polarisation genügende Menge (halbes Normalgewicht) ab und stellt deren genaues Gewicht fest. Nach angemessener Verdünnung neutralisiert man die Flüssigkeit mit gesättigter Sodalösung, schwenkt um, bis die Kohlensäureentwickelung nachgelassen hat, und polarisiert nach dem Klären und Auffüllen in gewohnter Weise.

Hat man a Teile Füllmasse von der Polarisation p_1 mit b Teilen Zusatzflüssigkeit von der Polarisation p gemischt und enthielt die Füll-

masse k % Kristalle (die man als rein, d. h. als aus 100 Prozent Saccharose bestehend annimmt), so sind in der entstandenen Lösung

$$\frac{a(p_1 - k)}{100} + \frac{b \cdot p}{100}$$

Teile Zucker enthalten. Es ist mithin die Polarisation des Filtrates

$$p_2 = 100 \frac{\frac{a(p_1 - k)}{100} + \frac{b \cdot p}{100}}{\frac{a(100 - k)}{100} + b}$$

oder

$$p_2 = 100 \frac{a(p_1 - k) + b \cdot p}{a(100 - k) + 100 \cdot b}.$$

Daraus folgt:

$$k = 100 \frac{a(p_1 - p_2) + b(p - p_2)}{a(100 - p_2)}$$

und für den Fall, dafs $a = b$ ist:

$$k = 100 \frac{p + p_1 - 2p_2}{100 \cdot p_2}.$$

In dieser Formel, die sämtliches Kristall, auch das technisch zumeist ungewinnbare Feinkorn umfafst, bedeutet: p die Polarisation der Zusatzflüssigkeit, p_1 die Polarisation der ursprünglichen Substanz, p_2 die Polarisation des Filtrates, die man aber bei dem angegebenen Mischungsverhältnisse um 0,8 zu vermindern hat; diese empirisch bestimmte Korrektur soll der unvermeidlichen Auflösung von Zuckerkristallen und der durch diese bedingten Polarisationserhöhung des Filtrates Rechnung tragen. In allem Weiteren sei auf die Originalarbeit verwiesen.

c) Absüfs- und Ablaufwässer.

Die Untersuchung der Absüfs- und Ablaufwässer beschränkt sich fast ausschliefslich auf die Ermittelung des Zuckergehaltes, um etwaige Zuckerverluste feststellen zu können. Bei den letzten Absüfswässern von der Knochenkohle im Raffineriebetriebe sowie bei Formbackwässern wird vielfach noch die Bestimmung der scheinbaren Reinheit gefordert. Die letzten Absüfswässer von den Knochenkohlefiltern enthalten aber meistens gröfsere Mengen Asche, weshalb nur eine Bestimmung letzterer zusammen mit einer Reinheitsquotienten-Bestimmung gute und vergleichbare Zahlen ergibt.

Bestimmung des Zuckergehaltes. (Qualitativ und quantitativ.)

Zum Nachweise geringer Zuckermengen bedient man sich mit Vorteil der Ihl'schen Reaktion mit α-Naphtol. Müller und Ohlmer[1]) haben diese Methode nach der Richtung hin ausgebildet, dafs dadurch eine annähernde quantitative Schätzung des Zuckergehaltes ermöglicht wird. Hierfür gilt folgende Vorschrift:

2 ccm des auf Zucker zu untersuchenden Wassers werden in einem Reagierzylinder oder besser noch in einem mit Glasstöpsel zu verschliefsenden Präparatengläschen von ca. 2 cm Weite und 10 cm Höhe mit 5 Tropfen einer 20prozentigen alkoholischen α-Naphtollösung versetzt und sodann 10 ccm reine konzentrierte Schwefelsäure hinzugefügt und gut umgeschüttelt. Da es hier auf absolute Genauigkeit nicht ankommt, kann man das Gläschen gleich mit den entsprechenden Marken versehen, so dafs Wasser und Schwefelsäure nicht besonders abpipettiert zu werden brauchen. Die α-Naphtollösung fügt man mit Hilfe eines der bekannten Tropfgläschen hinzu. Es ist durchaus nötig, dafs die Reagentien in der angegebenen Reihenfolge mit dem Wasser zusammengebracht werden. Gibt man die α-Naphtollösung zu dem Gemisch des Wassers mit der Schwefelsäure oder

[1]) Die deutsche Zuckerindustrie 1892, No. 12.

mischt man zuerst α-Naphtol mit konzentrierter Schwefelsäure und gibt dieses Gemenge zu dem zu untersuchenden Wasser, so tritt in beiden Fällen, auch bei völliger Abwesenheit von Zucker, allerdings nur ganz schwache Rotfärbung ein. α-Naphtol löst sich in konzentrierter Schwefelsäure auf und diese Lösung reagiert, wenn sie frisch bereitet, in der angegebenen Weise auf Zuckerlösung. Wenn jedoch die Lösung einige Tage alt ist, hat sie diese Reaktionsfähigkeit verloren, weil die sich unter diesen Umständen bildende Sulfosäure keine Farbenreaktion mit den aus dem Zucker entstandenen Humussubstanzen gibt.

Operiert man wie angegeben, so treten je nach der Menge des vorhandenen Zuckers verschiedene Färbungen auf, die auch eine für praktische Zwecke genügend genaue quantitative Bestimmung derselben gestatten. In allen Fällen erreicht die eintretende Färbung erst in einigen Minuten ihre volle Intensität.

Bei einem Gehalte von 0,1 Prozent = 1 : 1000 erscheint nach dem Hinzufügen der Schwefelsäure sofort eine intensiv rotviolette Färbung, die so satt ist, dafs ca. 10 mm dicke Schichten völlig undurchsichtig sind. Enthält die Lösung nur 0,01 Prozent Zucker = 1 : 10000, so ist die Färbung schwächer, etwa so stark wie dünner Rotwein. Sinkt der Zuckergehalt auf 0,001 Prozent = 1 : 100000, so erscheint die Färbung — ein helles zartes Rosa — erst nach $^1/_4$ bis $^1/_2$ Minute, und nur noch eben wahrnehmbare schwache Rötung tritt nach einigen Minuten ein, wenn die Flüssigkeit 0,0005 Prozent Zucker = 1 : 500000 enthält. Bei stärkerer Verdünnung ist keine auf Zucker zurückzuführende Reaktion wahrzunehmen.

Da Salpetersäure die Reaktion stört, ist nur völlig salpetersäurefreie Schwefelsäure zu verwenden. (Zur quantitativen Schätzung wird man anfänglich gut tun, sich verschiedene dünne Zuckerlösungen von bekanntem Zuckergehalt herzustellen und mit der zu prüfenden Flüssigkeit zu vergleichen; zweckmäfsiger noch wird es sein, sich nach solchen Zuckerlösungen mittelst haltbarer Mineralfarbe eine Farbenskala herzustellen, die jederzeit leicht den Vergleich gestattet.)

Zur Ausführung der α-Naphtolreaktion durch Nicht-Chemiker in der Fabrik haben G. Rapp und E. Besemfelder[1]) einen kleinen Apparat konstruiert, der aus einem starkwandigen Reagenzglas von 2 cm Durchmesser besteht, welches durch ein bis auf den Boden geführtes eingeschmolzenes Kapillarrohr mit einem kleinen Reservoir für die Schwefelsäure in Verbindung steht. Auf das Reagenzglas ist ein kleiner Trichter geschmolzen, der die zu untersuchende Flüssigkeit nötigenfalls zu filtrieren gestattet und bei warmen Wässern die Gefahr des Spritzens verhütet.

[1]) Die deutsche Zuckerindustrie 1892, 15.

Sehr heifse Wässer müssen jedoch vor der Prüfung etwas abgekühlt werden. Der ganze Apparat steht in einem festen Fufs.[1]

Die Reaktion wird so angestellt, dafs zuerst 2 bis 3 Tropfen einer 20prozentigen alkoholischen Lösung von α-Naphthol auf den Trichter gegeben werden, dann wird eventuell durch ein kleines Filter die zu untersuchende Flüssigkeit bis zu etwa $^1/_4$ der Höhe des Rohres zugefüllt und nun läfst man durch Lüften des Stöpsels des Schwefelsäurereservoirs konzentrierte Schwefelsäure zufliefsen. Die Säure schichtet sich unter die wässrige Flüssigkeit und an der Berührungsfläche bildet sich bei Anwesenheit von Zucker ein violetter Ring. Bei einiger Übung läfst sich aus der Intensität des Ringes leicht auf die ungefähre Menge des Zuckers schliefsen. Es gelingt mit dem Apparat, noch Zucker in einer Verdünnung von 1 : 10 Millionen durch eine noch ganz schwach lila gefärbte Zone nachzuweisen.

Sehr wichtig ist, dafs die zur Verwendung gelangenden Reagentien absolut frei von Salpetersäure sind.

Zur genauen Bestimmung arbeitet man nach der Polarisationsmethode, indem man in ein $^{100}/_{110}$-Kölbchen bis zur Marke 100 das zu untersuchende Wasser einfüllt, mit Bleiessig auf 110 auffüllt, filtriert und polarisiert. Die Berechnung ist wie die bei den Dünnsäften S. 225 angegebene.

Ist die Zuckermenge so gering, dafs sie nicht direkt bestimmt werden kann, so dampft man 500 ccm des zu untersuchenden Wassers unter Zusatz einiger Tropfen Natriumkarbonatlösung oder Kalkmilch auf dem Wasserbade zu etwa 50 ccm ein, spült in ein 100 ccm-Kölbchen, klärt mit Bleiessig, füllt zur Marke auf, filtriert und polarisiert. Das Resultat der Polarisation mit 0,26 resp. 0,26048 multipliziert und durch 5 dividiert gibt direkt Volumprozente Zucker an.

Bestimmung von Wasser-, Salzgehalt und Nichtzucker.

Zur Bestimmung des Wassergehaltes sowie des Salzgehaltes dampft man je 100 ccm des Wassers auf dem Wasserbade ein, spült zur Wasserbestimmung die stark eingeengte Flüssigkeit in ein mit Sand und Glasstab versehenes Trockenschälchen und verfährt im übrigen genau nach der auf S. 227 angegebenen Vorschrift.

Der Salzgehalt wird im Veraschungsschälchen mit Schwefelsäurezusatz bestimmt (siehe S. 244). Den Nichtzucker berechnet man aus den Differenzen.

[1] Der Apparat ist zu beziehen von J. H. Büchler, Breslau, Karlstr. 45.

Absüfsspindeln.

Um die Absüfsarbeit in der Fabrik leicht überwachen zu können, bedient man sich sogenannter Absüfsspindeln. Dies sind besonders eingerichtete Saccharimeter nach Brix, deren Skala bis 5,0° Brix reicht und vermöge ihrer Länge leicht und sicher Zehntelgrade ablesen lassen. Da die ablaufenden Süfswässer bei hohen Temperaturen ablaufen, so ist auch hierauf Rücksicht genommen, so dafs die Spindeln bei 70 oder 75° C. in reinem destillierten Wasser bis zum Nullpunkt eintauchen. Selbstverständlich mufs man dann immer bei den Temperaturen arbeiten, bei denen die Spindeln justiert sind.

Vielfach werden Spindeln verwendet, welche bei 17,5° C. justiert sind und eine Skala haben, welche von 0° bis 5,0° aufwärts und abwärts geteilt ist. Der Nullpunkt liegt also dann in der Mitte der Skala und letztere reicht also von — 5 bis + 5. Eine derartige Spindel taucht in reinem Wasser von 17,5° bis 0° ein, in reinem Wasser von 70° C. bis — 5°, in 5 prozentiger Zuckerlösung von 17,5° bis + 5° und in einer ebensolchen von 70° C. bis zum Nullpunkte. Hat man z. B. dann eine 3 prozentige Lösung zu spindeln, so taucht die Spindel bis — 2° ein, bei einer 1 prozentigen bis — 4°.

Bei Anwendung der Langen'schen Absüfsspindeln kann man die Beendigung des Absüfsens bei jeder zwischen 30 und 70 liegenden Temperatur bestimmen. Diese Spindeln enthalten ein dementsprechendes Thermometer und ihre Skala ist derartig eingerichtet, dafs an jenen Punkten, bis zu denen die Spindel in reinem Wasser von 30 bis 70° C. einsinkt, dieselben Zahlen wie auf der Temperaturskala verzeichnet sind. Bei Anwendung von reinem Wasser lauten demnach die beiden Ablesungen stets gleich, bei Absüfswässern wird hingegen der Unterschied um so gröfser sein, je höher ihr Gehalt an gelösten Stoffen ist. Gewöhnlich beobachtet man bei Beginn des Absüfsens eine erhebliche Differenz, welche sich aber mit zunehmender Absüfszeit allmählich verringert, bis endlich, nach beendetem Absüfsen, beide Ablesungen wieder gleich ausfallen und damit die gänzliche Abwesenheit gelöster Stoffe zu erkennen geben.

Die Berechnung der Reinheit der Wässer erfolgt in der auf S. 236 ff. angegebenen Weise.

Prefsschlamm, Scheideschlamm.

Der bei der Saturation in den Pressen verbleibende Schlamm enthält auch bei äufserst gutem und sorgfältigem Abpressen oder Aussüfsen stets noch eine geringe Menge Zucker, welcher teils als Zuckerlösung selbst oder an Kalk gebunden vorliegt. Da hierin für den Fabrikbetrieb eine Verlustquelle liegt, so erfordert der Scheideschlamm tägliche Untersuchung, um die unvermeidlichen Verluste in engen Grenzen zu halten.

Da die Prefskuchen nicht überall gleichmäfsig Zucker enthalten, so mufs eine äufserst sorgfältige Probenahme stattfinden; es ist dabei zu berücksichtigen, dafs im Innern und an den Rändern stets mehr Zucker vorhanden sein wird als an der Oberfläche und in der Mitte des Kuchens. Aus diesem Grunde mufs von mehreren Stellen Probe genommen werden. Die Einzelproben werden in einem Mörser gut durchgearbeitet und vermischt, um ein gleichmäfsiges Durchschnittsmuster zu erhalten, und dann erst nimmt man hiervon die zur Analyse bestimmte Probe.

Die Untersuchung kann entweder nach Scheibler's[1]) oder einfacher nach der von Stammer beschriebenen und von Sidersky[2]) modifizierten Methode erfolgen.

Nach Scheibler verfährt man wie folgt: In einem Teile, 5—10 g, bestimmt man durch Austrocknen den Gehalt an Feuchtigkeit. Einen zweiten Teil zerlegt man mit trockener Kohlensäure. Zu diesem Zwecke wägt man 50 g Schlamm ab und bringt ihn gut durchgeschüttelt mit 250 ccm Wasser in einen Literkolben. In diesen leitet man unter fortwährendem Schütteln trockene Kohlensäure ein, wodurch der Zuckerkalk zerlegt wird. Man benutzt hierzu den in Fig. 81 abgebildeten Apparat. Man entwickelt die Kohlensäure am besten in einem Kipp'schen Gasentwickler *A*, leitet das entweichende Gas durch wenig Wasser *B*, um etwa mit übergerissene Säure zurückzuhalten, und trocknet das so gereinigte Gas in *C* über Chlorkalzium. Der Zersetzungskolben (Saturationskolben) ist mit einem doppelt durchbohrten Gummistopfen versehen, durch welchen zwei Glasröhren gehen, von denen die längere zur Einleitung der Kohlen-

[1]) Vereinszeitschrift 1869, 828.
[2]) Bull. Ass. Chim. 1884, Bd. 2, 5, 314.

säure und die andere, mit einem kurzen Gummischlauch und Quetschhahn *a*, als Ausströmöffnung für die im Apparate befindliche Luft dient.

Um den Kalk zu zerlegen, öffnet man den Quetschhahn *a* und treibt durch einen kräftigen Kohlensäurestrom die Luft hinaus. Darauf schliefst man *a* und läfst unter kräftigem anhaltenden Umschütteln des Kolbens *D* so lange Kohlensäure ein, bis keine Absorption mehr stattfindet. Auf diese Weise vollzieht sich die Saturation unter dem schwachen Eigendrucke der Kohlensäure und ist beendet, sobald keine Gasblasen mehr durch *B* hindurchgehen. Man schliefst nun den Ausflufshahn am Kipp'schen Apparat



Fig. 81. Apparat zur Saturation des Zuckerkalkes.

und filtriert über ein trockenes Faltenfilter, welches man, um eine Verdunstung zu verhüten, bedeckt.

Der Zuckergehalt des klaren Filtrates wird nach der Mafsmethode, wie auf S. 225 angegeben, im $^{100}/_{110}$ Kölbchen unter Bleiessigzusatz bestimmt.

Bei der Berechnung mufs man zu der Menge des Verdünnungswassers noch die bei der Wasserbestimmung gefundene Menge hinzurechnen. Sind z. B. 35 Prozent Wasser gefunden worden, so hat man im ganzen 250 + 35 g Wasser. Die Polarisation ergab 3,2°. Daraus berechnet sich der Zuckergehalt wie folgt:

$$3{,}2 + 0{,}32 = 3{,}52^{0} \text{ Polarisation.}$$

100 ccm enthalten 3,52 . 0,26 = 0,9252 g Zucker. In 285 ccm sind also enthalten:

$$\frac{285 \,.\, 0{,}9252}{100} = 2{,}64 \text{ g Zucker in 50 g Scheideschlamm.}$$

100 g Schlamm enthalten also 2,64 . 2 = 5,28 Prozent Zucker.

Die oben erwähnte, von Stammer beschriebene und von Sidersky vereinfachte Methode gestaltet sich wesentlich einfacher. In einer Schale wägt man 25 g Schlamm ab, versetzt denselben mit etwas Wasser, fügt tropfenweise und unter Umrühren so lange Essigsäure hinzu, bis die durch zugesetztes Phenolphtaleïn rot gefärbte Masse farblos geworden ist, reibt alles zu einem feinen Brei und spült verlustlos in ein 100-Kölbchen. Nach dem Klären mit etwas Bleiessig füllt man zur Marke auf, filtriert und polarisiert. Das Ergebnis der Polarisation ist der Zuckergehalt in Gewichtsprozenten, da bei der Abwägung bereits auf das Volumen des Niederschlages Rücksicht genommen ist.

Produkte der Verarbeitung von Melasse.

Mit alleiniger Ausnahme des Osmoseverfahrens gründen sich alle Methoden zur Entzuckerung der Melasse darauf, dafs der Zucker in Gestalt von „Saccharaten“ gefällt wird. Saccharate sind Verbindungen des Zuckers mit Metalloxyden. Die hierzu benutzten Oxyde sind die Oxyde des Kalkes, des Strontians und des Baryts; in neuester Zeit kommt noch das Blei hinzu.

Das Verfahren, welches jetzt am meisten angewendet wird, ist das Strontianverfahren, während das Bleiverfahren und das Barytverfahren nur äufserst vereinzelt Eingang in die Technik gefunden haben. Die Anwendung des Kalkverfahrens ist sehr zurückgegangen.

Kalksaccharat und dessen Abfalllauge.

a) Kalksaccharat.

Mit dem Namen „Melassekalk“ bezeichnet man das bei den Entzuckerungen mittelst Kalk erhaltene Erstprodukt. Kalksaccharat und Zuckerkalk bezw. Zuckerkalkmilch heifsen die gereinigten Produkte. Die Ausführung der Untersuchungen dieser Produkte ist stets dieselbe.

Bestimmung des spezifischen Gewichtes.

Die Bestimmung des spezifischen Gewichtes kann nur für die Zuckerkalkmilch in Frage kommen. Man führt dieselbe mittelst des Pyknometers mit Hilfe des abgesprengten 50 ccm-Kölbchens (S. 89) aus. Es mufs hierbei beachtet werden, dafs die Flüssigkeit keine Luftblasen enthalten darf.

Bestimmung des Zuckergehaltes.

Um im Saccharat den Zucker bestimmen zu können, mufs derselbe zuvor aus seiner Verbindung mit dem Kalk gelöst werden. Dies geschieht am besten mit Essigsäure, wodurch man einerseits den Zucker in Lösung und andererseits auch den Kalk als essigsauren Kalk in löslicher Form erhält.

Man wägt das halbe Normalgewicht Saccharat oder das ganze Normalgewicht Zuckerkalkmilch ab, bringt es verlustlos in einen 100 ccm-Kolben, fügt einige Tropfen Phenolphtaleïn hinzu und tropft nun so lange konzentrierte Essigsäure unter Umschwenken ein, bis die rote Farbe verschwunden ist. Einen etwaigen geringen Überschufs von Essigsäure beseitigt man mit etwas Sodalösung. Nach dem Auffüllen bis zur Marke schüttelt man kräftig durch, filtriert durch ein trockenes Filter und polarisiert im 200 mm-Rohr.

Bestimmung des Kalkgehaltes.

5 g Saccharat oder 10 g Zuckerkalkmilch werden in einer geräumigen Porzellanschale mit 150 ccm Wasser verrührt, einige Tropfen Phenolphtaleïn hinzugefügt und mit Normal-Salz- oder Salpetersäure bis zur Entfärbung titriert. In diesem Falle verwendet man zweckmäfsig keine Schwefelsäure, da hierdurch Gips ausfallen würde. Die verbrauchten Kubikzentimeter werden mit 0,028 multipliziert und man erhält sodann gleich den Prozentgehalt an Kalkoxyd (CaO). 1 ccm $^1/_1$ Normalsäure = 0,028 g CaO.

---

b) Der saturierte Saft.

Zur Gewinnung des saturierten Saftes mischt man ca. 200 g einer guten Durchschnittsprobe des Saccharates in einem Parzellenmörser mit Wasser zu einem gleichmäfsigen Brei und spült alles in einen 1—2 l fassenden Kolben. Im ganzen verwendet man 300—400 ccm Wasser.

In den dünnen Brei wird nun zwecks Zerlegung des Saccharates Kohlensäure eingeleitet, und benutzt man denselben Apparat wie bei der Saturierung des Scheideschlammes (S. 267), nur läfst man hier zweckmäfsig die mit Chlorkalzium gefüllte Flasche weg. Im übrigen verfährt man genau wie auf S. 266 angegeben. Die Saturation ist beendet, wenn keine Gasblasen mehr durch die Waschflasche hindurchgehen.



In der Flüssigkeit befindet sich unter anderem auch eine gewisse Menge doppeltkohlensaures Kalzium in Lösung. Um dieses in einfaches kohlensaures Kalzium überzuführen und um zugleich die gelöste Kohlensäure zu entfernen, stellt man den Saturationskolben in ein kochendes Wasserbad, erhitzt einige Zeit, filtriert und dampft das klare Filtrat auf dem Wasserbade zu einem dünnen Sirup ein.

Dieser Sirup wird zu den folgenden Bestimmungen — Zucker-, Wasser- und Aschengehalt — benutzt.

Die in diesen Säften vorhandenen Nichtzuckerstoffe beeinflussen in hohem Grade die Bestimmung der Brix-Grade. Aus diesem Grunde treten hier zwischen wirklicher Reinheit und scheinbarer Reinheit meist erhebliche Differenzen auf. Gewöhnlich findet man die scheinbaren Reinheiten desto höher, wenn mit stärkeren Verdünnungen gearbeitet wird.

Will man deshalb gute Vergleichswerte erzielen, so mufs stets dieselbe Konzentration eingehalten werden.

Bestimmung des Zuckergehaltes.

Zur Bestimmung des Zuckergehaltes wägt man das halbe Normalgewicht Saft ab, spült in ein 100 ccm-Kölbchen, klärt, und polarisiert im 200 mm-Rohr. Das mit 2 multiplizierte Polarisationsergebnis ist der Zuckergehalt in Gewichtsprozenten.

Bestimmung des Wassers und Nichtzuckers.

Zur Ermittelung des Wassergehaltes und des Nichtzuckers trocknet man ca. 5 g im Trockenschälchen mit Sand. Den Nichtzucker berechnet man aus der Differenz in bekannter Weise. (Siehe S. 160.)

Bestimmung des Aschengehaltes.

In diesem Falle wird die Bestimmung der Asche *nicht* nach der Schwefelsäuremethode, sondern nach der Karbonatmethode ausgeführt. Man beschränkt sich nicht nur auf die Ermittelung der Gesamtasche, sondern bestimmt den in Wasser löslichen Anteil, die Alkaliasche, welche Karbonate, Chloride und Sulfate der Alkalien enthält, und den in Wasser

unlöslichen Anteil, die Kalkasche, welche hauptsächlich aus kohlensaurem Kalk besteht.

Man wägt in einer geräumigen Platinschale ca. 20 g Sirup ab, trocknet ihn ein und verkohlt bei dunkler Rotglut. (Vorsicht! Übersteigen!) Dann verfährt man genau in der auf S. 149 angegebenen Weise, extrahiert die Kohle mit heifsem Wasser, filtriert das Gelöste ab, verbrennt den unlöslichen Rückstand und erhält so die Kalkasche. Das farblose Titrat verdampft man zur Trockene, glüht den Rückstand schwach und findet so die Alkaliasche.

Für die Berechnung der gefundenen Resultate diene folgendes Beispiel der Untersuchung einer Zuckerkalkmilch, welche nachstehende Zahlen ergab:

Zucker	=	20,80 %
Wasser	=	75,20 „
Alkaliasche	=	1,13 „
Kalkasche	=	0,50 „
Organischer Nichtzucker	=	2,37 „
	=	100,00 %.

Hieraus berechnet man den Quotienten, den Gehalt in der Trockensubstanz, in diesem Falle 100 — 75,20 = 24,80 % Trockensubstanz.

In 100 Teilen Trockensubstanz sind enthalten			Auf 100 Teile Zucker kommen
Zucker	=	83,87 % (Reinheitsquotient)	—
Alkaliasche	=	4,55 „	5,42
Kalkasche	=	2,02 „	2,39
Organischer Nichtzucker	=	9,55 „	11,39
	=	100,00 %.	

Zur Umrechnung auf die Zusammensetzung des ursprünglichen Saccharates macht man die keineswegs willkürfreie Annahme, dafs das Mengenverhältnis des Zuckers zum ätzkalkfreien Nichtzucker im Zuckerkalke das nämliche sei wie im saturierten Safte. Ist also der Zuckergehalt der Zuckerkalkmilch z. B. zu 14,53 bestimmt worden, so geschieht die Berechnung nach folgendem Ansatze:

$$20{,}80 : 1{,}13 = 14{,}53 : x.$$

Zucker : Asche = Zucker : Alkaliasche
(des saturierten Saftes) (der Zuckerkalkmilch).

$$x = \frac{1{,}13 \cdot 14{,}53}{20{,}80} = 0{,}78\ \%$$ Alkaliasche in der Zuckerkalkmilch.

Auf dieselbe Weise berechnet man die anderen Bestandteile: Kalkasche und organischen Nichtzucker.

c) Abfalllauge.

Die Abfalllaugen, welche bei der Reinigung der Saccharate verbleiben, sind gelb bis rotbraun gefärbte Flüssigkeiten, welche neben geringen Mengen Zucker den gröfsten Teil der in der Melasse vorhandenen Salze, sowie organische Nichtzuckerstoffe enthalten. Für die Zwecke der Betriebskontrolle ist es erforderlich, spezifisches Gewicht sowie Zuckergehalt zu ermitteln. Die Abfalllaugen finden hauptsächlich als Düngemittel Verwendung, worüber weiteres unter dem Abschnitt „Schlempekohle" nachzusehen ist.

Bestimmung des spezifischen Gewichtes.

Die Ermittelung des spezifischen Gewichtes erfolgt am besten mit der Spindel oder der Mohr-Westphal'schen Wage. Infolge des angesammelten Nichtzuckers erhält man jedoch nur Vergleichswerte. Das spezifische Gewicht schwankt ungefähr zwischen 1,04 bis 1,08.

Bestimmung des Zuckergehaltes.

Man wägt das Normalgewicht Lauge ab, spült es unter Zusatz von einigen Tropfen Phenolphthaleïn in einen 100-Kolben, setzt einige Tropfen Essigsäure hinzu und stumpft die überschüssige Säure mit möglichst wenig Natriumkarbonat-Lösung ab. Nach dem Klären mit Bleiessig füllt man zur Marke auf, filtriert und polarisiert in der bekannten Weise.

Oder man pipettiert 50 ccm in einen 100-Kolben, behandelt wie oben und polarisiert. Die Berechnung ist dann die folgende:

$$\text{Spezifisches Gewicht} = 1{,}0426; \qquad \text{Polarisation} = 5{,}6;$$

$$5{,}6 \,.\, 0{,}26 = 1{,}456 \text{ g Zucker.}$$

$$50 : 1{,}456 = 100 : x; \qquad x = 2{,}912 \text{ Volumprozente Zucker.}$$

Durch Division dieser Zahl durch das spezifische Gewicht ergeben sich die Gewichtsprozente Zucker:

$$\frac{2{,}912}{1{,}0426} = 2{,}83\,\%.$$

Bestimmung des Kaligehaltes.

50 ccm Lauge werden in einer Platinschale zur Trockne eingedampft und verascht. Die Asche wird mit salzsäurehaltigem Wasser aufgenommen und in einen 250 ccm-Kolben filtriert. In einem aliquoten Teile der Lösung (ca. 50 ccm) bestimmt man nach Ausfällung der Schwefelsäure das Kali. (Weiteres hierüber siehe unter Düngemittel.)

Bestimmung des Stickstoffes.

Die Bestimmung des Stickstoffes erfolgt mit 25 ccm nach Kjeldahl's Methode. Über die Ausführung derselben siehe unter Düngemittel.

Strontian-Saccharat.

Zur Untersuchung der Strontium-Saccharate verfährt man genau wie nach obigen Vorschriften für die Kalk-Saccharate. Den Gehalt an Strontiumhydroxyd ermittelt man durch Titration mit normal-Salz- oder normal-Salpetersäure.

Bestimmung des Strontiumhydroxydes.

Wie soeben hervorgehoben, erfolgt die Bestimmung des Strontiumhydroxydes durch Titration mit entweder Salz- oder Salpetersäure wie folgt: 10 g werden mit einigen Tropfen Phenolphtaleïn versetzt und mit $^3/_4$ Normalsalzsäure titriert. Die Anwendung der $^3/_4$ Normalsäure[1]) bietet eine bedeutende Vereinfachung der Berechnung. Da nämlich 1 ccm $^1/_1$ Normalsäure 0,132 65 g kristallisiertem Strontiumhydroxyd ($Sr(OH)_2 + 8\,H_2O$) entsprechen, so ergibt sich aus dem Ansatze

$$1000 : 132{,}65 = 750 : x; \qquad x = 99{,}58,$$

dafs 1 ccm $^3/_4$ Normalsäure = 0,099 58 g Strontiumhydroxyd ist. Hierfür kann man, ohne einen Fehler zu begehen, 0,1 g setzen.

Bei einer Verwendung von 10 g Substanz geben die verbrauchten Kubikzentimeter sogleich den Prozentgehalt an Strontiumhydroxyd an.

Weitere Untersuchungen des Saccharates.

Die weitere Untersuchung des Saccharates, sowie die Herstellung und Analyse des saturierten Saftes geschieht genau in derselben Weise, wie beim Kalksaccharate angegeben wurde (siehe dieses). Die Berechnung der Resultate wird ebenfalls genau so ausgeführt.

Schleudersalz.

Die sich täglich wiederholende Untersuchung des Schleudersalzes auf Zucker zur Beurteilung des Kühl-Prozesses wird in der Weise ausgeführt, dafs man das halbe Normalgewicht abwägt und, wie bei dem Kalksaccharate (S. 270) angegeben, mit Phenolphtaleïn und Essigsäure usw. behandelt, dann im 200 mm-Rohr polarisiert und den abgelesenen Betrag verdoppelt.

[1]) Man stellt sich die $^3/_4$ Normalsäure her, indem man 750 ccm $^1/_1$ Normalsäure auf 1000 ccm mit Wasser verdünnt.

Osmosewässer.

Bei der Untersuchung der Osmosewässer pflegt man die Brix- oder Beaumé-Grade, ferner den Zuckergehalt und die Reinheit zu bestimmen.

Bestimmung des spezifischen Gewichtes.

Die Brix- resp. Beaumé-Grade werden am besten aus dem spezifischen Gewichte berechnet (siehe Tabellen S. 93 ff.). Die Bestimmung selbst wird nach der für Melasse beschriebenen Methode (S. 253) ausgeführt. Auch hierbei ist zu beachten, dafs die Benutzung der für *reine* Zuckerlösungen gültigen Tabellen in erhöhtem Grade durch die Ansammlung der Nichtzuckerstoffe Fehler hervorruft.

Bestimmung des Zuckergehaltes.

Zur Ermittelung des Zuckergehaltes ist es von Vorteil, die Verdünnung so zu wählen, dafs 100 ccm der geklärten Lösung dem halben Normalgewichte entsprechen. Als Klärmittel ist hier ganz besonders das basische Bleinitrat[1]) zu empfehlen, da es in fast allen Fällen sofort klare und stark aufgehellte Lösungen gibt.

Die Untersuchung nach der Inversionsmethode erfolgt genau nach den S. 113 gegebenen Vorschriften. Wendet man jedoch Bleinitrat als

[1]) Lippmann, „Chemie der Zuckerarten", Braunschweig, 804. Die Bereitung des basischen Bleinitrates (Herles'sches Klärmittel) erfolgt nach folgender Vorschrift. Bleinitratlösung: 1 kg Bleinitratlösung in 2 l Wasser gelöst. Lauge: 100 g Ätznatron in 2 l Wasser gelöst, gemischt, wäscht das ausfallende basische Nitrat völlig aus und rührt es mit Wasser zu einer entsprechend dicken Milch an.



Klärmittel an, so mufs die Konstante 132,66 durch die Herles'sche Konstante 133,5 ersetzt werden.

Die Formel würde dann also folgendermafsen lauten:

$$z = \frac{100 S}{133,5}.$$

Infolge des Bleinitrates ändert sich auch die Raffinoseformel

$$z = \frac{0,5124 P - J_{20}}{0,839}$$

in $$z = \frac{(0,4724 + 0,002 t) P - J_{20}}{0,9074 - 0,003 t}.$$ [1]

Bestimmung des Invertzuckers.

Die Bestimmung des Invertzuckers erfolgt nach den auf S. 152 ff. angegebenen Vorschriften.

Bestimmung der Alkalität.

Die Ermittelung der Alkalität geschieht in der gewöhnlichen Weise (siehe S. 246).

[1]) Jahr- u. Adrefsbuch d. Zuckerfabriken Österreich-Ungarns 1899/1900, S. 87.

IV.

Hilfsprodukte sowie Nebenprodukte der Zuckerfabrikation.

Wasser.

Allgemeines.

Das Wasser, welches uns die Natur bietet, ist niemals in chemischem Sinne rein, sondern enthält stets gröſsere oder geringere Mengen von Stoffen. welche es während seines unterirdischen Laufes aufgenommen hat. Die Art dieser Stoffe, sowie ihr Mengenverhältnis zueinander wird je nach dem durchflossenen Boden verschieden sein. Tritt ein Wasser zu Tage, so wird es an der Quelle mehr fremde Stoffe enthalten, als wenn es schon längere Zeit geflossen ist usw.

Der Wert und die Brauchbarkeit des Wassers richtet sich also ganz nach seiner chemischen Beschaffenheit. Je nach der beabsichtigten Verwendung wird man höhere oder niedrigere Forderungen an die Reinheit desselben stellen. Je weniger ein Wasser Verunreinigungen enthält, desto besser ist es in seiner Anwendung als Trink- und Brauchwasser und auch für technische Zwecke, als Kesselspeisewasser und dergl.

Im allgemeinen unterscheidet man zwischen weichem und hartem Wasser. Ersteres ist ein Wasser, welches arm an aufgelösten mineralischen Stoffen, hauptsächlich Kalk- und Magnesiumsalzen, ist. Ein hartes Wasser ist dagegen reich an derartigen Bestandteilen.

Auf die Art und Weise, wie die festen Bestandteile des Bodens im Wasser löslich werden, näher einzugehen, ist hier nicht der Ort, es sei hier nur so viel gesagt, daſs diese Körper teils durch direkte Auflösung. teils durch die Einwirkung der im Wasser vorhandenen Kohlensäure — durch Bildung von löslichen Bikarbonaten — in Lösung gehen.

Die Übelstände der harten Wässer zeigen sich am deutlichsten beim Verdampfen derselben, indem die Bikarbonate in einfache Karbonate zerfallen, welche sich dann als im Wasser unlöslich in fester Form ausscheiden,

das Wasser trüben, sich schliefslich als Kesselstein an den Wänden der Kessel abscheiden und so eine der lästigsten Erscheinungen im Grofsbetriebe darstellen. Besonders unangenehm in dieser Beziehung ist ein hoher Gipsgehalt im Wasser und es sind deshalb viele Fabriken gezwungen, ihr Kesselspeisewasser vor dem Gebrauch einer diesbezüglichen Reinigung zu unterwerfen.

Als weitere schädliche Bestandteile eines Betriebswassers sind ferner Chlorverbindungen, Schwefelwasserstoff, Säuren, Fette und Ammoniak zu bezeichnen. Enthält ein Wasser z. B. viel Chlormagnesium, so spaltet dieses unter der Einwirkung von Hitze und Druck Salzsäure ab, welche vom allerschädlichsten Einflufs sowohl auf die Kesselbleche, sowie auf alle übrigen berührten Metallteile ist.

Auch das Betriebswasser mufs möglichst rein und hauptsächlich frei von Gips und Alkalisalzen sein.

Ferner ist es sehr wichtig, über ein gutes taugliches Trink- und Gebrauchswasser zu verfügen, da dies auf die hygienischen Verhältnisse von grossem Einflufse ist.

Ein gutes, allen Ansprüchen genügendes Wasser soll wenig mineralische Stoffe enthalten und zugleich frei von gelösten organischen Stoffen und den daraus entstehenden Produkten, wie Salpetersäure, salpetrige Säure und Ammoniak, sein.

Die Art und Weise der chemischen Untersuchung eines Wassers richtet sich in erster Linie nach der Art der Verwendung desselben; sie wird also bei einem Trink- und Gebrauchswasser bedeutend ausführlicher sein müssen, als bei einem Wasser, welches für Kesselspeisung oder andere technische Zwecke dient.

Ein Urteil über die Tauglichkeit eines Wassers wird wesentlich bestimmt einmal durch seine äufseren oder physikalischen Eigenschaften (Klarheit, Farb- und Geruchlosigkeit, Temperaturverhältnisse), sowie, wie schon oben gesagt, durch seinen Gehalt an anorganischen Verbindungen und schliefslich durch die Gegenwart organischer Substanzen und deren Zersetzungsprodukten.

Wie überall bei der Analyse einer Substanz hängt auch hier der Wert einer chemischen Untersuchung wesentlich von einer richtigen Probenahme ab. Durch die Verwendung schlecht gereinigter Sammelgefäfse, alter, schon zu anderen Zwecken benutzter Korke, unsauberer Hände usw. können ungemein leicht Verunreinigungen aller Art von aufsen zugefügt werden; so z. B. kommt es vor, dafs namentlich Ammoniak oder salpetrige Säure, die für die hygienische Beurteilung so sehr wichtig sind, auf diese Weise in das Wasser gelangen.

Am besten ist es, als Sammelgefäfse gut gereinigte durchsichtige Flaschen mit Glasstöpsel zu verwenden.

Entnimmt man die Probe aus einer Leitung, so läfst man das Wasser vorher ordentlich ablaufen. Aus Brunnen nimmt man die Probe, wenn das Wasser schon längere Zeit abgepumpt worden ist. Sollen Proben aus offenen Wasserläufen usw. genommen werden, so geschieht das Füllen der Flaschen durch tiefes Untertauchen, ohne jedoch den Boden aufzurühren. Ebenso darf die Probe nicht allzu nahe der Oberfläche genommen werden, da diese häufig durch Staub usw. verunreinigt ist. Zur Untersuchung genügen 2 l. Soll das Wasser nicht sogleich untersucht werden, so mufs es in einem kühlen Keller aufbewahrt werden.

Prüfung der physikalischen Eigenschaften.

Die *Klarheit* und die Farbe des Wassers bestimmt man in der Weise, dafs man 20 bis 30 cm hohe und ca. 3 cm breite Zylinder aus farblosem Glase mit dem Wasser anfüllt, auf weifses Papier stellt und mit einem absolut farblosen und klaren Wasser vergleicht. Man beobachtet nun in der Richtung der Längsachse der Zylinder so, dafs man von oben gegen das weifse Papier sieht. Eine gelbliche oder gelblich-bräunliche Trübung, welche auch bei längerem Stehen nicht verschwindet, deutet auf Huminsubstanzen hin, während eine durch suspendierte Beimengungen hervorgerufene Trübung verschwindet, sobald sich dieselben abgesetzt haben. Lehm gibt dem Wasser eine gelbliche oder grünliche Farbe, an der Luft ausgefallenes Eisenoxydhydrat eine rötlich-braune, kohlensaurer Kalk eine weifse, Schwefelmetalle (Schwefeleisen, Schwefelblei) eine schwarze Farbe.

Will man genaueres über die Natur der suspendierten Stoffe wissen, so filtriert man, je nach der Menge derselben, 100 bis 1000 ccm durch ein bei 100 bis 110° getrocknetes Filter, trocknet Filtrum und Rückstand bei derselben Temperatur und erfährt durch das Mehrgewicht die Menge der Körper, welche dann zur weiteren Bestimmung untersucht werden können.

Überhaupt mufs jeder chemischen Untersuchung eine gute und gründliche Filtration vorangehen, wenn das Wasser nicht absolut klar ist.

Will man feststellen, ob ein Wasser riecht, so füllt man einen mehrere Liter fassenden Kolben halb mit dem Wasser an und erwärmt auf 40 bis 50° C. Beim Umschwenken des Kolbens kann jeder auffällige Geruch deutlich wahrgenommen werden.

Soll das Wasser auf seinen Geschmack geprüft werden, so kühlt man es auf 10 bis 12° C. ab. Verunreinigungen durch Eisensalze, Leucht-

gas, Moder- und Fäulnisprodukte oder auch gröfsere Kochsalzmengen schmeckt man sehr leicht.

Chemische Untersuchung.

Die Reaktion des Wassers prüft man mittelst empfindlichem Lackmus- oder Kurkumapapier. Um die geringen Veränderungen besser unterscheiden zu können, befeuchtet man Streifen desselben Lackmus- oder Kurkumapapieres mit destilliertem Wasser und vergleicht die Färbungen. Stark kohlensäurehaltige Wässer zeigen häufig eine saure Reaktion, während längere Zeit gestandenes oder gekochtes Wasser alkalisch reagiert.

Die Bestimmung der *chemischen Bestandteile* des Wassers kann eine mehr oder minder ausgedehnte sein. Für technische sowohl als auch für hygienische Zwecke reicht man sehr oft mit einer Bestimmung des Abdampfrückstandes, der Alkalierdmetalle resp. des Härtegrades, des Chlors, der organischen Substanzen und des Ammoniaks nebst qualitativer Prüfung auf Schwefel- und salpetrige Säure aus. In den meisten Fällen dagegen, speziell bei chemischen Betrieben wird eine erschöpfende Analyse benötigt sein, und sehr oft kommt es gerade auf die Feststellung einzelner Bestandteile (Gips, Magnesia, Blei, Eisen usw.) an. Die Alkalien, welche meist als Chlornatrium und in geringer Menge in den gewöhnlichen Wässern vorkommen, kommen für die Zwecke der Zuckertechnik kaum in Betracht.

1. Der Abdampfrückstand.

Im Abdampfrückstand sind alle im Wasser gelösten nichtflüchtigen organischen und anorganischen Substanzen vorhanden. Zur Bestimmung des Abdampfrückstandes werden 250 ccm in einer geglühten und gewogenen geräumigen Platinschale sehr vorsichtig mit kleiner und ziemlich weit entfernter Flamme eingedampft. Die letzten Anteile des in einem Kölbchen abzumessenden Wassers spült man mit destilliertem Wasser heraus. Um zu vermeiden, dafs Staubteilchen aus der Luft in das zu verdampfende Wasser fallen, befestigt man über der Schale in geeigneter Entfernung einen Glastrichter oder einen Viktor Meyerschen Schutztrichter (Fig. 82). Beim Eindampfen über freier Flamme mufs man sorgfältig darauf achten, dafs das Wasser nicht ins Sieden gerät, sondern langsam verdampft.



Fig. 82. Schutztrichter nach V. Meyer.

Ist das Wasser bis auf einen kleinen Anteil verdunstet, so setzt man die Platinschale auf ein Wasserbad und verdampft vollständig zur Trockne, reinigt dann ihre Aufsenseite mit einem Tuche und stellt sie in einen Trockenschrank, dessen Temperatur auf 105° gehalten werden kann. Nach 3 Stunden bringt man die Schale in den Exsikkator und wägt nach völligem Erkalten. Die im Rückstande befindlichen Salze haben häufig die Neigung, Wasser aus der Luft anzuziehen, deshalb nimmt die erste Wägung ziemlich viel Zeit in Anspruch und man findet das Gewicht etwas zu hoch. Daher trocknet man nochmals einige Zeit, wägt wieder und setzt dies so lange fort, bis man konstante Zahlen erhält. Der Abdampfrückstand gibt die Menge der Trockensubstanz in den verdampften 250 ccm an. Durch Multiplikation mit 4 erhält man das Gewicht desselben für 1 l Wasser.

2. Bestimmung der mineralischen Stoffe oder des Glühverlustes.

Früher wurde aus dem Gewichtsverlust, welcher beim Glühen des Trockenrückstandes entsteht, geschlossen, wieviel nichtflüchtige organische Substanz im Wasser vorhanden sei. Es ist dies aber nur in sehr annähernder Weise möglich, denn man weifs jetzt, dafs auch die anorganischen Wasserbestandteile beim Glühen des Abdampfrückstandes Veränderungen erleiden, welche den Gewichtsverlust nicht unbedeutend beeinflussen. Es sind dies hauptsächlich Nitrate und Nitrite, sowie auch Sulfate, welche bei gleichzeitiger Anwesenheit organischer Stoffe eine teilweise Zersetzung erleiden. Glüht man sehr stark, so können sich auch Alkalichloride verflüchtigen und andere Chloride in basische Verbindungen übergehen. Es ist jedoch zur Beurteilung des Wassers nicht ohne Interesse, den Abdampfrückstand zu erhitzen oder zu glühen.

Ist ein Wasser sehr arm an organischen Substanzen, so bleibt der Rückstand weifs; nimmt er dagegen zuerst eine gelbliche bis bräunliche Färbung an, welche bei fortgesetztem Glühen schnell in Weifs übergeht, so ist die Annahme berechtigt, dafs nur ein sehr geringer Gehalt an organischen Stoffen vorhanden ist; wenn dagegen eine intensiv braune oder schwarze Färbung auftritt, welche erst bei längerem Glühen verschwindet, so ist das Wasser reich an organischer Substanz.

Um die Verbrennung der organischen Substanz zu erleichtern, befeuchtet man den schon etwas geglühten Rückstand mit einigen Tropfen Ammoniumnitratlösung, erhitzt wieder sehr vorsichtig und tropft einige Tropfen Ammoniumkarbonatlösung auf den nun weifsen und kalten Rückstand. Es geschieht dies, um etwa gebildeten Ätzkalk in kohlensauren Kalk überzuführen. Das Wasser verjagt man durch vorsichtiges Hin- und Herbewegen über einer kleinen Flamme und glüht dann noch einmal gelinde. Nach dem Erkalten im Exsikkator wägt man und erfährt aus der Differenz Schale + Rückstand — Schale den Glührückstand von 250 ccm

Wasser, welcher noch mit 4 zu multiplizieren ist, um das Gewicht pro Liter zu erhalten.

Um vergleichbare Werte verschiedener Analysen zu erhalten, ist es wichtig, dafs das Trocknen stets bei ein und derselben Temperatur vorgenommen wird. Nach Sell[1]) erhält man etwas andere Werte, je nachdem man bei 100°, 140° oder 180° trocknet. Trocknet man bei 100° C., so enthält der Rückstand zuweilen noch erhebliche Mengen von Kristallwasser oder hygroskopischem Wasser, da verschiedene anorganische Salze, wie Gips, Bittersalz, besonders aber Kalzium- und Magnesiumchlorid ihr Kristallwasser erst bei höherer Temperatur abgeben. Ebenso halten amorph abgeschiedene mineralische und organische Verbindungen bei 100° C. zuweilen noch hygroskopisches Wasser zurück. Hat man also einen Rückstand, welcher gröfsere Mengen dieser Salze enthält, so erhält man ein genaueres Resultat, wenn man das Trocknen bei 140° oder noch besser bei 180° C. vornimmt. Manche der im Rückstande vorhandenen Stoffe erleiden aber bei diesen Temperaturen schon eine teilweise Zersetzung.

3. Härtebestimmung.

Zur Bestimmung der Härte benutzt man am besten das von Faifst und Knaufs modifizierte Verfahren von Clark.[2]) Dasselbe beruht auf dem Prinzipe der Umsetzung des fettsauren Kalis einer Kaliseifenlösung mit den gelösten neutralen Salzen der alkalischen Erden. Hierbei scheiden sich Kalzium und Magnesium in Verbindung mit Fettsäure aus und es entstehen daneben lösliche Kalisalze der früher mit ihnen vereinigten Säuren. Ist die Zersetzung eine vollständige und ist zu gleicher Zeit ein geringer Überschufs von Seifenlösung vorhanden, so entsteht beim Schütteln ein feiner dichter Schaum, welcher auch nach längerer Zeit nicht verschwindet. Tritt also der Schaum kräftig auf, so ist dies das Zeichen der Endreaktion. Die verbrauchte Menge der Seifenlösung kann aus dem Grunde, dafs äquivalente Mengen der neutralen Erdalkalimetalle stets genau gleiche Quantitäten derselben Seifenlösung zersetzen, als Mafsstab für die Härte des Wassers, d. h. für die Gesamtmenge der vorhandenen Kalzium- und Magnesiumsalze dienen.

In Deutschland bezeichnet man die Gewichtseinheiten von Kalziumoxyd in 100000 Teilen Wasser als Härtegrade. Hierbei setzt man allerdings etwa vorhandene Magnesiaverbindungen für eine äquivalente Menge Kalk in Rechnung. Wenn also ein Wasser z. B. 15 Härtegrade zeigt, so folgt daraus, dafs in 100000 Gewichtsteilen 15 Gewichtsteile Kalk (oder

---

[1]) Mitteilungen a. d. Kaiserl. Gesundheitsamt, I, 1881.

[2]) Jahresbericht f. Chemie 1850, S. 608.

auch äquivalente Mengen Magnesia) an Kohlensäure, Schwefelsäure, Salpetersäure oder auch Chlorwasserstoffsäure gebunden, vorhanden sind.

In Frankreich und England hat man andere Normen, so z. B. versteht man in Frankreich unter Härtegraden Gewichtseinheiten von Kalziumkarbonat in 100000 Teilen Wasser, in England Gewichtseinheiten von Kalziumkarbonat in 70000 Teilen Wasser (1 grain in 1 gallon, d. h. 0,0648 g in 4,543 l), 1 deutscher Härtegrad ist also = 1,79 französischer oder 1,25 englischer Härtegrade.

Zur Bestimmung der Härte nach Clark dient eine titrierte Seifenlösung, von welcher genau 45 ccm 12 Härtengraden entsprechen, d. h. eine solche Menge neutraler Alkalierdmetallsalze zersetzen, welche 12 mg Kalk in 100 ccm Wasser äquivalent sind.

Über die Bereitung der Seifenlösung siehe Anhang.

Das Einstellen der Seifenlösung geschieht zweckmäfsig mit einer Lösung von Baryumnitrat, von welcher 100 ccm genau 12 Härtegraden entsprechen und also eine 12 mg Kalk äquivalente Menge des Salzes enthalten.

$$\text{Mol.-Gew. } CaO = 56; \qquad \text{Mol.-Gew. } Ba(NO_3)_2 = 261.$$

Es entspricht somit:

$$1 \text{ Teil } CaO \ \frac{261}{56} = 4{,}661 \text{ Teilen } Ba(NO_3)_2$$

und

$$12 \text{ Teile } CaO \ 12 \,.\, 4{,}661 = 55{,}93 \text{ Teilen } Ba(NO_3)_2.$$

Löst man also 55,93 mg $Ba(NO_3)_2$ in 100 ccm (oder 559 mg im Liter) Wasser auf, so ist in 100 ccm der Lösung eine 12 mg CaO äquivalente Menge des Baryumsalzes vorhanden.

Die zur Titerstellung erforderliche Lösung bereitet man sich also durch Auflösen von 0,559 g reinen trockenen Baryumnitrates in 1 l Wasser.

Die Titerstellung geschieht nun in der Weise, dafs man 100 ccm der Baryumnitratlösung in eine mit Glasstöpsel versehene 250 ccm-Flasche bringt und aus einer in $^1/_{10}$ ccm geteilten Bürette ganz allmählich (zuerst je 5 ccm, später weniger) die Seifenlösung hinzufliefsen läfst, wobei jedesmal das Stöpselglas in der Richtung seiner Längsaxe kurz und energisch etwa 6 bis 8 mal geschüttelt wird. Mit dem Hinzusetzen der Seifenlösung fährt man so lange fort, bis auf der Oberfläche der Flüssigkeit, wenn man die Flasche hinstellt, ein feinblasiger fester Schaum mindestens 5 Minuten lang ohne zu zerreifsen stehen bleibt. Hierzu wird man im Anfang weniger als 45 ccm Seifenlösung brauchen, weshalb letztere mit Alkohol von 56 Volumprozenten entsprechend verdünnt werden mufs. Nach der Verdünnung mufs man sich selbstverständlich wieder überzeugen, ob jetzt genau 45 ccm verbraucht werden; ist dies nicht der Fall, so mufs nach nochmaligem Verdünnen eine erneute Bestimmung erfolgen, bis die Lösungen eingestellt sind.

Bei einer Härtebestimmung verfährt man nun in genau derselben Weise wie bei der Titerstellung. Von einem weichen Wasser nimmt man 100 ccm, von einem harten dagegen nur 50, 25 oder auch nur 10 ccm und füllt zur 100 ccm-Marke auf, wobei aber dann zu beachten ist, dafs die Anzahl der verbrauchten Kubikzentimeter mit 2, 4 und 10 multipliziert werden müssen, um 100 ccm unverdünntem Wasser zu entsprechen. Würde die zu verbrauchende Menge der Seifenlösung dem Härtegrade des Wassers genau proportional zunehmen, so könnte man aus der wirklich gebrauchten Menge der Seife die Härte des zu untersuchenden Wassers direkt berechnen. Dies trifft aber nicht vollständig zu, denn je höher der Härtegrad ist, desto geringer ist diejenige Menge der Seifenlösung, welche einem Härtegrade entspricht. Man bedient sich deshalb zur Berechnung des Resultates der folgenden, auf empirischer Grundlage von Faifst und Knaufs konstruierten Tabelle:

Verbrauchte Seifenlösung	Härtegrad	1 ccm Seifenlösung entspricht ein Härtegrad von
3,4	0,5	0,25
5,4	1,0	
7,4	1,5	
9,4	2,0	
11,3	2,5	0,26
13,2	3,0	
15,1	3,5	
17,0	4,0	
18,9	4,5	
20,8	5,0	
22,6	5,5	0,277
24,4	6,0	
26,2	6,5	
28,0	7,0	
29,8	7,5	
31,6	8,0	
33,3	8,5	0,294
35,0	9,0	
36,7	9,5	
38,4	10,0	
40,1	10,5	
41,8	11,0	
43,4	11,5	0,31
45,0	12,0	

Sind die verbrauchten Kubikzentimeter Seifenlösung in der Tabelle zu finden, so ersieht man ohne weiteres die entsprechenden Härtegrade aus der zweiten Reihe. Im anderen Falle notiert man zuerst denjenigen Härtegrad, welcher der der gefundenen Anzahl ccm-Seifenlösung zunächst stehenden Zahl entspricht, multipliziert die Differenz ($^1/_{10}$ ccm) zwischen der Zahl der Tabelle und der gefundenen mit der entsprechenden Gröfse der dritten Reihe und addiert nun das so erhaltene Produkt zu dem zuerst notierten Härtegrade oder subtrahiert es davon, je nachdem die durch den Versuch gefundene Zahl gröfser oder kleiner als die nächstliegende Zahl der Tabelle war.

Hatte man z. B. 35 ccm Seifenlösung verbraucht, so ist die Härte des untersuchten Wassers 9; sind dagegen aber 35,5 ccm verbraucht, so berechnet sich die Härte nach obigem auf $9{,}0 + 0{,}5 \,.\, 0{,}294 = 9{,}15^{\circ}$. Sind bei harten Wässern weniger als 100 ccm angewendet worden, so mufs das Resultat, wie schon oben gesagt, dementsprechend multipliziert werden.

Die auf diese Weise erhaltenen Härtegrade geben die *„Gesamthärte"* des Wassers an. Durch das Kochen des Wassers werden, wie schon auf S. 278 gesagt, die gröfsten Mengen der gelösten Bikarbonate des Kalziums und Magnesiums als Monokarbonate gefällt, während die Sulfate, Nitrate und Chloride gelöst bleiben. Hieraus ergibt sich, dafs das Wasser beim Kochen weicher wird, und man nennt deshalb die Härte des gekochten Wassers die *„bleibende"* oder *„permanente"* Härte. Die Differenz zwischen Gesamthärte und bleibender Härte bezeichnet man als *„vorübergehende"* Härte, welche annähernd den ursprünglich gelösten Bikarbonaten des Kalziums und Magnesiums entspricht.

Soll die *bleibende Härte* bestimmt werden, so kocht man 300 bis 500 ccm Wasser in einem gröfseren Kolben mindestens eine halbe Stunde lang, wobei man das verdampfte Wasser wenigstens annähernd recht oft durch destilliertes ersetzt, weil sonst leicht ein Teil des Kalziumsulfates ausfällt. Nach dem Erkalten spült man das gekochte Wasser verlustlos in einen 300 oder 500 ccm-Kolben, füllt zur Marke auf und bestimmt in 100 ccm die bleibende Härte desselben.

Hier sei noch bemerkt, dafs die Anwesenheit gröfserer Mengen von Magnesiumsalzen das Resultat der Analyse wesentlich beeinflussen kann. In diesem Falle kann ein Härtegrad gefunden werden, welcher mehr oder weniger bedeutend hinter dem wirklichen zurückbleibt. Es bildet sich nämlich, oft lange bevor die Endreaktion eintreten sollte, auf der Oberfläche der zu titrierenden Flüssigkeit eine weifs-opale, ungleichmäfsig dicke, hier und da schaumige Haut, welche von Ungeübten leicht für den am Ende der Umsetzung sich bildenden Schaum gehalten wird und so oft täuschend wirken kann. Nach den Untersuchungen Kuvaldins besteht diese Haut aus fettsaurem Magnesium, welches in kristallinischer Form ausgeschieden

ein geringeres spezifisches Gewicht besitzt, als das amorphe fettsaure Kalzium, und sich deshalb an der Oberfläche ansammelt. Das fettsaure Kalzium dagegen bleibt in der Flüssigkeit suspendiert und bewirkt eine milchartige Trübung.

Tritt ein solcher Fall ein, so ist das Wasser zu verdünnen und soll es am zweckmäfsigsten in zwei Proben untersucht werden, das eine Mal in halber, das andere Mal in viertel Verdünnung. Als Resultat nimmt man das Mittel beider Bestimmungen. Eine stärkere Verdünnung als 1 : 4 ist nicht zu empfehlen, weil in diesem Falle die Kohlensäure des destillierten Wassers eine neue Fehlerquelle bildet; sie wirkt zersetzend auf die Seifenlösung ein und bewirkt zu hohe Resultate.

Wenn bei Gegenwart gröfserer Magnesiummengen so, wie eben beschrieben, gearbeitet wird, so erhält man zuverlässige Resultate, denn mit der Kenntnis der eventuellen Fehlerquellen hat gerade diese Seifenmethode viel gewonnen. Zur Beurteilung des Wassers auf Grund der Härtebestimmung diene folgendes: Als *„weiche“* Wasser werden im allgemeinen Wasser bezeichnet, welche unter 10 Härtegrade besitzen; sind dagegen über 14 Härtegrade vorhanden, so bezeichnet man das Wasser als *„hart“*. 18 bis 20 Grade bezeichnen für gewöhnlich die oberste Grenze für ein Wasser, welches für Trink- und häusliche Zwecke genommen werden kann. Für technische Zwecke wird man weichen Wässern meistens den Vorzug geben (siehe S. 279).

Für die Bestimmung der *„Alkalinität“* schlägt Lunge[1]) folgendes Verfahren vor und empfiehlt es besonders bei der Untersuchung des Wassers für Kesselspeisung und andere technische Zwecke:

„Titrieren auf Gesamt-Alkalität durch $^1/_5$ oder $^1/_{10}$ Normalsalzsäure, wobei man 200 ccm des Wassers anwendet und mit Methylorange in der Kälte titriert; der Endpunkt der Reaktion ist die erste ganz schwache Rötung, wie sie in mit Kohlensäure gesättigtem Wasser entsteht. Das Resultat wird ausgedrückt in Grammen Kalziumkarbonat auf 1 l Wasser, also zeigt (bei Anwendung von 200 ccm Wasser) jeder verbrauchte Kubikzentimeter $^1/_5$ N.-Salzsäure immer 0,050 g $CaCO_3$ im Liter. Dies ist gleichzeitig so gut wie identisch mit der „vorübergehenden“ Härte des Clark'schen Verfahrens, in dem wir, um französische Grade zu erhalten, bei Anwendung von 200 ccm Wasser einfach die verbrauchten Kubikzentimeter der $^1/_5$ N.-Salzsäure mit 5 multiplizieren müssen, da 1 ccm 0,010 g $CaCO_3$ anzeigt, während ein französischer Härtegrad = 1 $CaCO_3$ in 100000 oder 0,010 g im Liter bedeutet. Für deutsche Härtegrade (= 1 CaO in 100000) multiplizieren wir die gebrauchten Kubikzentimeter mit 2,8; für englische (= 1 $CaCO_3$ in $^1/_{0000}$ Wasser) mit 3,5. Die Gesamt-

[1]) Lunge, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, Berlin 1899, I, 759.

härte (in französischen Graden) kann man gleich dem Glührückstande annehmen, wenn man diesen in Milligrammen pro 100 ccm berechnet. Die Umwandlung in deutsche Grade geschieht dann durch Multiplikation mit 0,56, in englische mit 0,7.

Natürlich rührt die „Alkalinität“ nicht nur von Kalziumkarbonat, sondern, wenn auch stets in geringerem Grade (manchmal nur ganz unbedeutend), von Magnesiumkarbonat her. Auch Natriumkarbonat würde natürlich mit angezeigt, doch braucht man bei gewöhnlichen Wässern hierauf keine Rücksicht zu nehmen, da es nur in „Mineralwässern“ in bestimmbaren Mengen vorkommen wird. Allerdings kann es in mit Soda gereinigtem Wasser in gröfserer Menge vorkommen und wird dann wie folgt annähernd bestimmt: Man kocht das Wasser (unter Ersatz des verdampfenden) bis zur Zersetzung der Bikarbonate, filtriert und bestimmt den alkalimetrischen Titer des Filtrates, der nun vorzugsweise das im Wasser vorhandene Natriumkarbonat anzeigt, allerdings nicht genau, da auch nach dem Kochen kleine Mengen von Kalziumkarbonat (0,036 g im Liter) und Magnesiumkarbonat (0,100 g im Liter) gelöst bleiben.“

4. Kalk und Magnesia.

Kalk und Magnesia werden in ein und derselben Wasserprobe gewichtsanalytisch bestimmt. Die Menge des zur Untersuchung zu verwendenden Wassers richtet sich ganz nach dem Resultate der Härtebestimmung; je nachdem ein hartes oder ein weiches Wasser vorliegt, mifst man 500—1000 ccm in einer Porzellanschale ab, säuert schwach mit Salzsäure an und dampft auf ca. 150 ccm ein. Um im Verlaufe der weiteren Behandlung das Ausfallen von Magnesiumoxydhydrat zu verhindern, setzt man etwas Chlorammoniumlösung hinzu und spült darauf in ein Becherglas, bedeckt mit einem Uhrglas, um Verluste durch Verspritzen von Flüssigkeitsanteilchen zu vermeiden, und erhitzt zum Sieden. Hierauf wird bis zur deutlich alkalischen Reaktion absolut kohlensäurefreies Ammoniak hinzugesetzt und der bei weiterem Kochen sich eventuell bildende Niederschlag, welcher Kieselsäure, Eisenoxydulhydrat und Tonerdehydrat enthalten kann, abfiltriert, ausgewaschen, getrocknet, geglüht und gewogen.

Im Filtrate bestimmt man nun zunächst den Kalk durch Ausfällen mit oxalsaurem Ammon, filtriert den sich bildenden Niederschlag ab, wäscht gründlich aus, trocknet, glüht im gewogenen Platintiegel und wägt nach dem Erkalten das restierende Kalziumoxyd.

Ebensogut kann man den Kalk mafsanalytisch nach der von Mohr angegebenen Methode bestimmen. Diese beruht darauf, dafs man zur Ausfällung der Kalziumverbindungen das Wasser mit einer überschüssigen Menge titrierter Oxalsäurelösung versetzt und dann diejenige Quantität

der Oxalsäure, welche nicht in den gebildeten Kalziumoxalatniederschlag übergegangen, sondern in Lösung geblieben ist, mit Kaliumpermanganat zurücktitriert. Die Kalkmenge berechnet man aus dem gefällten Anteil der Oxalsäure.

Im Filtrate von oxalsaurem Kalk bestimmt man die Magnesia in der bekannten Weise, indem man dasselbe mit viel Ammoniak und dann mit einer Lösung von phosphorsaurem Natrium versetzt. Sind reichliche Mengen Magnesia vorhanden, so tritt sofort eine leichte Trübung ein, ist dagegen nur wenig zugegen, so entsteht die Trübung erst sehr allmählich. Die Flüssigkeit wird sehr vorsichtig mit einem Glasstabe gemischt, wobei man aber vermeiden mufs, die Wände des Glases zu berühren, denn an diesen Berührungsstellen setzen sich Anteile des Niederschlages äufserst fest kristallinisch an.

Nach etwa 12 Stunden filtriert man den Niederschlag von phosphorsaurem Ammonium-Magnesium ab, trocknet das Filter oberflächlich, verbrennt im Platintiegel, verascht vollständig, glüht und wägt den reinweifsen Rückstand, welcher aus pyrophosphorsaurem Magnesium besteht, und berechnet hieraus den Inhalt an Magnesiumoxyd oder Magnesia. Faktor siehe Anhang.

5. Chlor.

Die Bestimmung des Chlors geschieht am besten durch Titration mit $^1/_{10}$ Normal-Silberlösung unter Anwendung von chromsaurem Kali als Indikator. Jeder Kubikzentimeter der Silberlösung entspricht 0,00354 g Chlor oder auch 0,00584 g Chlornatrium. Es läfst sich dies sehr gut bei Wässern, welche nicht übermäfsig viel organische Substanz enthalten und neutral oder ganz schwach alkalisch (von kohlensauren Alkalien) oder auch sehr schwach sauer (von freier Kohlensäure) reagieren, ausführen.

Die Ausführung der Bestimmung gestaltet sich äufserst einfach. Man mifst 100 ccm Wasser in ein geräumiges Becherglas, welches man auf ein Blättchen weifses Papier stellt, tropft einige Tropfen der neutralen Lösung von chromsaurem Kali hinzu und läfst nun so lange langsam tropfenweise die in einer Bürette befindliche $^1/_{10}$ Normal-Silberlösung hinzufliefsen, bis der weifse, milchige Niederschlag plötzlich in Rot überschlägt. Der Übergangspunkt ist mit grofser Schärfe zu erkennen. Die Reaktion beruht darauf, dafs zuerst alles Chlor als weifses Chlorsilber gefällt wird und dann erst dunkelrotes chromsaures Silber entsteht.

Die Anzahl der verbrauchten Kubikzentimeter multipliziert man mit dem Titer der Silberlösung und erhält so entweder den Chlorgehalt direkt oder auch den Gehalt an Chlornatrium.

Sind gröfsere Mengen nichtflüchtiger organischer Substanzen vorhanden, so wird die direkte Titrierung mit Silberlösung zu groben

Irrtümern Veranlassung geben. Die Reaktion wird infolge eintretender Mifsfärbungen den Endpunkt nicht scharf erkennen lassen. In derartigen Fällen tut man gut, die organischen Substanzen vor der Titrierung zu zerstören. Dies geschieht auf folgende Weise: 100 ccm Wasser werden ins Kochen gebracht und so lange Kaliumpermanganatlösung (siehe Bestimmung der organischen Substanzen) hinzugegeben, bis das Wasser schwach rot gefärbt erscheint. Nun kocht man etwa 5 Minuten und fügt, falls eine Entfärbung eintritt, noch einige Tropfen Kaliumpermanganat hinzu. Der Überschufs wird durch einige Tropfen Alkohol entfernt. Hierauf filtriert man von den abgeschiedenen Manganoxydverbindungen ab und titriert das Filtrat, welches eine neutrale Reaktion haben mufs, in der oben beschriebenen Weise.

Sind grofse Mengen organischer Substanzen zugegen, so kann man das Chlor auch im geglühten Abdampfrückstande bestimmen. Man löst letztern in destilliertem Wasser, filtriert, neutralisiert mit Salpetersäure und titriert wie oben.

Das Chlor gewichtsanalytisch als Chlorsilber bestimmen zu wollen, hat bei der Wasseranalyse keinen Zweck; soll es doch geschehen, so dampft man eine gröfsere Menge Wasser auf ein kleines Volumen ein und arbeitet dann in der bekannten Weise.

6. Schwefelsäure.

Soll qualitativ auf Schwefelsäure geprüft werden, so säuert man etwa 20 ccm Wasser mit Salzsäure an und fügt einige Tropfen Chlorbaryumlösung hinzu. Die Gegenwart der Schwefelsäure gibt sich durch eine weifse Trübung oder einen Niederschlag von unlöslichem schwefelsauren Baryt zu erkennen. Bei sehr geringen Mengen zeigt sich die Trübung erst nach einigen Stunden.

Die quantitative gewichtsanalytische Bestimmung der Schwefelsäure beruht auf derselben Reaktion. Die Menge des anzuwendenden Wassers richtet sich ganz nach dem Ausfall der qualitativen Probe. Bei wenig Schwefelsäure verwendet man 500—1000 ccm, bei viel Schwefelsäure nur 200—300 ccm Wasser zur Untersuchung. Ist man gezwungen, gröfsere Mengen als 200 ccm zu verwenden, so dampft man unter Zusatz einiger Tropfen Salzsäure bis auf ca. 200 ccm ein und fällt im Sieden mit Chlorbaryum. Da das Baryumsulfat sehr leicht durch die Filter hindurchgeht, so erhält man die Flüssigkeit beim Ausfällen einige Zeit in schwachem Sieden, wodurch der Niederschlag etwas körniger wird. Nachdem das Baryumsulfat sich vollständig abgesetzt hat, filtriert man nach einigen Stunden die klare Flüssigkeit durch ein quantitatives Filter so, dafs der Niederschlag zuerst möglichst wenig aufgerührt wird. In demselben sind

fast stets Salze der Alkali- und Erdalkali-Metalle, ferner Eisenoxyd und bei Gegenwart von Salpetersäure auch Nitrate vorhanden. Um diese fremden Stoffe zu entfernen, wird die Fällung mit etwas verdünnter Salzsäure ausgekocht, dann auf das Filter gebracht und so lange mit heifsem Wasser ausgewaschen, bis eine Probe des Filtrates mit Silberlösung keine Chlorreaktion mehr gibt.

Das Filtrum wird im gewogenen Platintiegel verbrannt, der restierende Niederschlag geglüht und nach dem Erkalten gewogen. Das so erhaltene schneeweise Baryumsulfat wird auf Schwefelsäure umgerechnet. Faktor siehe Anhang.

7. Salpetersäure, Nitrate.

Die Bestimmung der Salpetersäure oder der Nitrate im Wasser begründet sich auf das Vermögen der Salpetersäure, Indigoblau zu oxydieren, eine blaue Indigolösung gelblich zu färben. Qualitativ erkennt man die Anwesenheit dieser Körper auf die Weise, dafs man einige Tropfen einer Lösung von Indigotin (Indigokarmin) in Schwefelsäure in die in einem weiten Reagenzglase befindliche Wasserprobe gibt und dann konzentrierte Schwefelsäure eingiefst. Tritt eine Entfärbung ein, so ist Salpetersäure vorhanden. Eine andere qualitative Probe ist die folgende: Wenige Tropfen Wasser in einer Porzellanschale färben sich nach Zusatz einiger Tropfen konzentrierter Schwefelsäure mit Bruzinlösung vorübergehend mehr oder weniger rosarot.

Quantitativ wird die Probe wie folgt ausgeführt: In einem Glaskolben werden 20 ccm des zu prüfenden Wassers mit 20 ccm reiner konzentrierter Schwefelsäure versetzt; gleich zu der heifs werdenden Mischung fügt man so viel Indigolösung[1]) aus einer Bürette hinzu, bis der Inhalt des Kolbens nicht mehr gelblich erscheint, sondern eine deutlich grüne Färbung angenommen hat und diese auch behält. Aus der verbrauchten Menge Indigolösung ist die Menge der Salpetersäure zu berechnen: 1 ccm Indigolösung ist gleich 0,00005 g Salpetersäureanhydrid, woraus die Menge desselben in 20 ccm Wasser zu berechnen ist; das Resultat mit 50 multipliziert gibt die Menge Salpetersäureanhydrid in 1 l Wasser an.

Ist im Liter Wasser über 0,05 g Salpetersäure enthalten, so mufs die Bestimmung mit Wasser wiederholt werden, welches mit reinem Wasser 2—10fach verdünnt ist. Es ist dann bei der Berechnung der Resultate auf die Verdünnung Rücksicht zu nehmen.

---

[1]) Eine Lösung von Indigotin (Indigokarmin) des Handels oder von Indigo in konzentrierter Schwefelsäure wird so weit mit Wasser verdünnt, dafs 1 ccm derselben nach Zusatz reiner Schwefelsäure genau durch 1 ccm Salpeterlösung entfärbt wird, welche in 1 l = 0,0936 g Kaliumnitrat enthält.

Bei Gegenwart vieler organischer Stoffe wird diese Art der Bestimmung der Salpetersäure im Wasser ungenau, da die freigemachte Salpetersäure zu deren Oxydation verbraucht wird, oder wenn zugleich salpetrige Säure und Nitrite zugegen sind, da die salpetrige Säure ebenfalls Indigolösung oxydiert.

In derartigen Wässern wird die Salpetersäure nach der Methode von Schulze & Tiemann bestimmt. Sie gründet sich darauf, dafs Ferro-

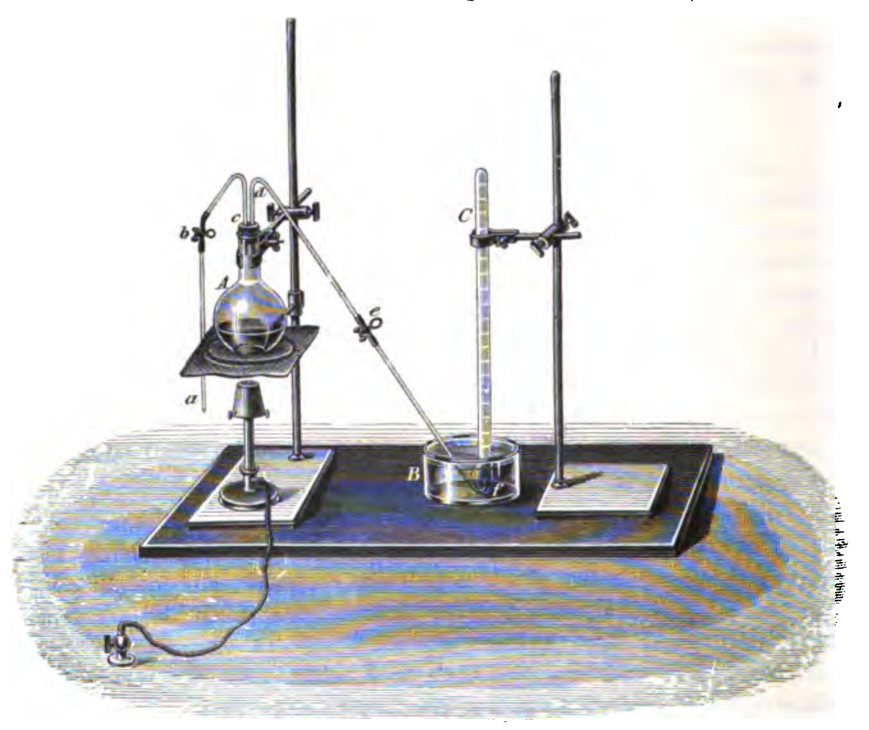


Fig. 83. Apparat zur Bestimmung der Salpetersäure nach Schulze-Tiemann.

chlorid, in Salzsäure gelöst, die Salpetersäure in Stickoxyd umwandelt und dessen Menge gemessen, auch nach Gewicht berechnet werden kann. Zu diesem Zwecke ist folgender Apparat (Fig. 83) zusammenzustellen, dessen Benutzung nur etwas Übung verlangt. Ein Glaskolben *A* von 150 ccm Rauminhalt ist mit Kautschukkork verschlossen, in dem 2 Glasröhren stecken; die eine (*a b c*) ist bei *c* in eine nicht zu feine Spitze ausgezogen und ragt etwa 2 cm unter dem Kork hervor, die andere (*d e f*) dagegen schneidet genau mit der unteren Fläche des Korkes ab. Über das untere Ende der Röhre *d e* ist bei *e* ein Stückchen Kautschukschlauch gezogen, um sie vor dem Zerbrechen zu schützen. Die Wanne *B*

und die in $^1/_{10}$ ccm geteilte möglichst enge Meſsröhre *C* sind mit ausgekochter 10 prozentiger Natronlauge gefüllt.

Es werden 100—300 ccm von dem zu untersuchenden Wasser, unter Umständen auch mehr, in einer Porzellanschale auf etwa 50 ccm verdampft, diese unter Nachspülen mit wenig Wasser in den Kolben *A* gebracht, wobei ein etwa abgeschiedener Niederschlag unberücksichtigt bleiben kann. Man kocht nun bei offenen Röhren den Inhalt des Kolbens weiter ein, läſst gegen Ende der Operation das untere Ende der Röhre *d e f* unter die Natronlauge treten, so daſs die Wasserdämpfe teilweise durch dieselbe entweichen. Nach einigen Minuten drückt man den Kautschukschlauch bei *e* mit den Fingern zusammen. War durch die Wasserdämpfe alle Luft aus dem Kolben verdrängt, so steigt jetzt die Natronlauge rasch zurück; man schlieſst den Quetschhahn bei *e*, worauf die Wasserdämpfe nur bei *a* entweichen. Erst wenn etwa 10 ccm Flüssigkeit im Glaskolben zurückgeblieben sind, entfernt man den Brenner, schlieſst den Quetschhahn bei *b* und spritzt die Röhre ganz voll mit Wasser, so daſs keine Luftblase darin bleibt. Nun erst schiebt man die mit Natronlauge ganz gefüllte Meſsröhre *C* über das Röhrenende *f*, so daſs dies 2—3 ccm weit in erstere hineinreicht. Sobald nun die Schläuche bei *b* und *e* durch den äuſseren Luftdruck zusammengepreſst werden, gieſst man nahezu gesättigte, freie Salzsäure enthaltende Ferrochloridlösung in ein kleines Becherglas, ein zweites Becherglas füllt man mit konzentrierter Salzsäure; darauf taucht man *a* erst in die Ferrochloridlösung und läſst 15—20 ccm derselben durch Öffnen des Quetschhahnes bei *b* nach *A* flieſsen, dann taucht man *a* in die Salzsäure und läſst zweimal solche in geringer Menge nachsteigen, so daſs alle Eisenlösung aus der Röhre *a b c* entfernt wird.

Man erwärmt jetzt *A* über einem Brenner, ohne daſs man die Quetschhähne öffnet, zuerst mäſsig, bis sich die Kautschukschläuche bei *b* und *e* etwas aufblähen, ersetzt dann den Quetschhahn bei *e* durch den Druck der Finger und läſst, sobald der Gasdruck stärker wird, das entwickelte Stickoxydgas nach *C* übersteigen. Schlieſslich erhitzt man stärker, bis sich das Gasvolumen in *C* nicht mehr vermehrt, und nimmt dann die Entwicklungsröhre aus der Natronlauge. Es ist gut, die Kautschukschläuche mittelst Draht an den Glasröhren zu befestigen, um die zum Gelingen der Bestimmung absolut notwendige Dichtigkeit der Kautschukverschlüsse zu erreichen.

Nachdem die Entwicklung von Stickoxydgas gänzlich aufgehört hat, schlieſst man die Meſsröhre *C* mit dem Daumen, schüttelt sie, taucht sie, immer mit dem Daumen verschlossen, in einen groſsen Glaszylinder mit 15—18° warmem Wasser, läſst nun erst den Daumen fort und die Meſsröhre so tief in das Wasser sinken, daſs innerhalb und auſserhalb derselben das Niveau des Wassers gleich ist, also das Stickoxydgas innerhalb der

Mefsröhre unter dem zeitigen Druck der Atmosphäre sich befindet. Nunmehr liest man das Volumen des Stickstoffgases ab, reduziert es unter Berücksichtigung der Temperatur des Wassers und des Barometerstandes sowie der Tension des Wasserdampfes (Tabellen siehe Anhang) auf trockenes Gas von 0° und 760 mm Barometerstand und findet danach die in der zur Untersuchung angewandten Wassermenge enthaltene Salpetersäure in Milligrammen, wenn man die Kubikzentimeter Gas mit 2,417 multipliziert, denn 1 ccm Stickoxydgas wiegt bei 0° und 760 mm Barometerstand 1,346 mg, und da 60 g $NO = 108$ g N_2O_5 sind, so entspricht 1 ccm Stickoxydgas 2,417 mg Salpetersäureanhydrid. Es haben z. B. 300 ccm Wasser 36 ccm Stickoxydgas bei 17° und 750 mm Barometerstand gegeben. Sie werden auf trockenes Gas bei 0° und 760 mm Barometerstand berechnet, dabei gleich die ihnen entsprechenden Milligramme Salpetersäureanhydrid gefunden nach der Gleichung

$$V = \frac{h - c}{760} \cdot \frac{273}{273 + t} \cdot 2{,}417 = G,$$

worin V die direkt abgelesenen Kubikzentimeter Stickoxydgas, h der Barometerstand, c die Tension des Wasserdampfes bei t, t die Temperatur des Gases, G Milligramme Salpetersäureanhydrid ausdrücken, in Zahlen also

$$36 \cdot \frac{750 - 14{,}42}{760} \cdot \frac{273}{273 + 17} \cdot 2{,}417 = 79{,}266.$$

Die angewandten 300 ccm Wasser enthalten also 79,266 mg Salpetersäure, mithin enthält 1 l Wasser

$$\frac{79{,}266 \,.\, 1000}{300} = 264{,}22 \text{ mg Salpetersäureanhydrid.}$$

8. Salpetrige Säure, Nitrite.

Die qualitative Prüfung auf salpetrige Säure oder Nitrite beruht auf der Eigenschaft der salpetrigen Säure, aus Jodiden Jod frei zu machen, wodurch Stärke gebläut wird. Es entsteht eine um so tiefere Blaufärbung, je gröfser die Menge der vorhandenen salpetrigen Säure ist.

$$ZuJ_2 + 2\,KNO_2 + 2\,H_2SO_4 = J_2 + ZuSO_4 + K_2SO_4 + 2\,NO + 2\,H_2O.$$

Bei der Reaktion ist die Einwirkung des direkten Sonnenlichtes zu vermeiden, wie denn auch dieselbe nur dann mafsgebend ist, wenn die Bläuung entweder sofort oder nach längstens 5 Minuten eintritt. Sehr zweckmäfsig ist es, den Zylinder, in welchem die Prüfung geschieht, auf eine weifse Unterlage zu stellen und von oben hineinzuschauen. Die Reaktion ist ungemein empfindlich, 0,1 bis 0,4 mg salpetrige Säure im Liter bewirken schon eine deutliche Blaufärbung, wogegen gröfsere Quantitäten eine so starke Färbung geben, dafs eine Flüssigkeitsschicht von 16 bis 18 cm Höhe nach einigen Minuten undurchsichtig wird. Die Gegenwart gröfserer

Mengen organischer Substanzen kann die Reaktion sehr kleiner Quantitäten gleichzeitig vorhandener salpetriger Säure auf Zinkjodidstärkelösung verhindern oder wenigstens erheblich abschwächen. — Wenn Eisenoxydverbindungen im Wasser enthalten sind, ist die Methode unbrauchbar, weil Jod aus Lösungen der Metalljodide durch Ferrisalze in Freiheit gesetzt wird, so dafs Jodzinkstärkelösung in solchen Wässern eine Bläuung hervorrufen kann, welche nicht durch die Gegenwart salpetriger Säure bedingt ist.

Der qualitative Nachweis der salpetrigen Säure geschieht derart, dafs etwa 50 ccm Wasser in einem Zylinder von farblosem Glase mit 1 ccm verdünnter reiner Schwefelsäure (1 : 3) angesäuert werden, worauf man dann 1 ccm reiner Jodzinkstärkelösung hinzugibt.

Tiemann und Preufse benutzten die von Griefs entdeckte Eigenschaft der salpetrigen Säure, Metaphenylendiamin (Metadiamidobenzol) in Triamidobenzol, einen Körper von lebhaft gelber Farbe (Bismarckbraun), umzuwandeln, um die salpetrige Säure sowohl qualitativ als auch quantitativ zu bestimmen. Die Reaktion ist ungemein scharf; für ein geübtes Auge ist noch die Färbung erkenntlich, welche durch die Gegenwart von 0,03 mg N_2O_3 in einem an und für sich farblosen Wasser auf Zusatz von verdünnter Schwefelsäure und Metaphenylendiaminlösung nach Verlauf von etwa 10 Minuten hervorgerufen wird.

Zum Nachweis der salpetrigen Säure nach letzterer Methode säuert man 100 ccm des zu untersuchenden Wassers in einem Zylinder von farblosem Glase mit 1 ccm 30prozentiger Schwefelsäure an und versetzt dann mit 1 ccm der obigen Lösung. Es entsteht je nach dem geringeren oder höheren Gehalt an salpetriger Säure eine gelbliche, goldgelbe oder auch gelbbraune Färbung.

$$2\, C_6H_4(NH_2)_2 + NO_2H = NH_2 \,.\, C_6H_4 \,.\, N : N \,.\, C_6H_3(NH_2)_2 + 2\, H_2O.$$

Der Verlauf der Reaktion wird durch die Gegenwart organischer Stoffe nicht beeinträchtigt. Wenn auch wässerige Lösungen von Metaphenylendiamin gegen Ferriverbindungen sehr empfindlich sind — sie werden dadurch mehr oder weniger gelb gefärbt —, so macht doch die überschüssige Schwefelsäure die Lösung viel indifferenter. Befolgt man die oben beschriebene Methode, so wird die eintretende Reaktion durch kleine Mengen vorhandener Eisenverbindungen nicht wesentlich beeinflufst.

Die Ausführung der quantitativen Bestimmung ist die folgende: Man nimmt zwei durchsichtige, klare und farblose Glaszylinder, welche beide denselben Durchmesser haben und eine genau gleichlange Skala in $^1/_{10}$ ccm geteilt besitzen. Vorteilhaft wendet man die Hehner'schen Kolorimeterzylinder (Fig. 84) an. In den einen Zylinder füllt man 100 ccm des zu untersuchenden Wassers und in den zweiten, den Vergleichszylinder,

2 ccm einer Natriumnitritlösung, von welcher in 1 l 20 mg salpetrige Säure entsprechen (über die Darstellung der Lösung siehe Anhang), und füllt zu 100 auf. Sodann gibt man zu beiden Zylindern je 1 ccm verdünnte Schwefelsäure 1 : 3 und 2 ccm Zinkjodidstärkelösung, worauf man den Inhalt beider Zylinder mit reinen Glasstäben umrührt. Nun beobachtet man die Schnelligkeit, mit welcher sich die Flüssigkeiten bläuen; die Reaktion wird als beendet angesehen, wenn die Bläuung während 5 Minuten nicht mehr zunimmt. Hierauf vergleicht man die Farbenintensitäten der Lösungen in den beiden Zylindern miteinander; ist nun z. B. der Inhalt des Vergleichszylinders dunkler als der des Versuchszylinders, so läfst man aus demselben vermittelst des Glashahnes so viel herausfliefsen, bis die Intensitäten gleich sind. Es ist dies das Zeichen, dafs in beiden Lösungen nun genau gleichviel salpetrige Säure enthalten ist. Die Berechnung ist eine sehr einfache: Angenommen, es genügten, um gleiche Farbeninsentität zu erzielen, 70 ccm der Vergleichslösung, so sind in diesen 70 ccm ebensoviel NO_2 enthalten, wie in dem zu untersuchenden Wasser. In 100 ccm Vergleichslösung sind 0,04 mg salpetrige Säure enthalten, folglich enthält jeder Kubikzentimeter 0,0004 mg NO_2, 70 ccm enthalten also 70 . 0,0004 = 0,028 mg salpetrige Säure. Ist in dem zu prüfenden Wasser so viel salpetrige Säure enthalten, dafs die Färbung desselben dunkler wird als im Vergleichszylinder, so nimmt man 50 oder auch nur 25 ccm und verdünnt auf 100. Bei der Berechnung ist dann aber diese Verdünnung in Betracht zu ziehen.

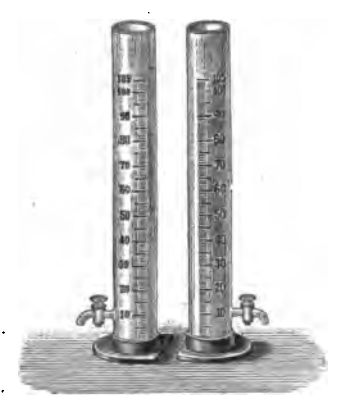


Fig. 84. Hehner'sche Zylinder.

Die Bestimmung der salpetrigen Säure mit Metaphenylendiamin wird in genau derselben Weise ausgeführt. Es ist aber hier, wie bei der Jodzinkstärkemethode, darauf zu halten, dafs die Vergleichsflüssigkeit bei jedem Versuche erneuert wird.

Diese kolorimetrischen Methoden eignen sich besonders zum Nachweise sehr geringer Mengen salpetriger Säure. Sind gröfsere Mengen vorhanden, so arbeitet man nach der Methode von Feldhausen-Kubel, welche darauf beruht, dafs Kaliumpermanganat die salpetrige Säure zu Salpetersäure, sowie Nitrite zu Nitraten schon bei 15—25°, organische Stoffe aber erst bei höherer Temperatur oxydiert. Bei Anwesenheit der letzteren ist dieser Nachweis den vorstehend beschriebenen Methoden vorzuziehen. Es werden 100 ccm Wasser mit 10 ccm Schwefelsäure (1 : 3) und so viel

$^1/_{100}$ Normal-Chamäleonlösung in einem Glaskolben bei der angegebenen Temperatur unter leichter Bewegung desselben versetzt, bis die Mischung deutlich und bleibend rot gefärbt ist. Danach wird der Überschufs der Chamäleonlösung mit $^1/_{100}$ Normal-Ferroammoniumsulfatlösung (3,92 g Salz zu 1 l in Wasser gelöst) bis eben zur Entfärbung der Mischung gesetzt. Die angewandten Kubikzentimeter Chamäleonlösung minus verbrauchte Kubikzentimeter Eisensalzlösung sind gleich den Kubikzentimetern Chamäleonlösung, welche zur Oxydation der salpetrigen Säure gedient haben. 1 ccm Chamäleonlösung = 0,197 mg salpetriger Säure.

9. Ammoniak.

In den besseren Wässern, besonders in Trinkwässern fehlt das Ammoniak. Es ist aber überall da vorhanden, wo das Wasser mit einem Boden in Berührung gewesen ist, in welchem Zersetzungsprodukte stickstoffhaltiger organischer Substanzen enthalten sind. Findet man nur Spuren von Ammoniak, so mufs man in der Beurteilung des Wassers sehr vorsichtig sein, denn bei der grofsen Verbreitung des Ammoniaks in der Laboratoriums-Luft kann es auf diese Weise leicht zu Täuschungen Veranlassung geben.

Qualitativ wird Ammoniak durch Nessler's Reagens, Quecksilberkaliumjodidlösung auch in den geringsten Mengen nachgewiesen. Das Reagens ist eine Auflösung der Doppelverbindung von Jodquecksilber und Jodkalium (HgK_2J_4) in Kalilauge. Über die Bereitung desselben s. Anhang.

Will man Ammoniak nachweisen, so versetzt man ungefähr 50 ccm des zu untersuchenden Wassers in einem farblosen Zylinder mit $^1/_2$ ccm Nessler's Reagens. Färbt sich das Wasser gelb oder gar gelbrot, so sind kleinere oder gröfsere Ammoniakmengen vorhanden. — Die im Wasser vorhandenen Salze des Kalziums und Magnesiums können mit der alkalischen Quecksilberkaliumjodidlösung Niederschläge von Kalzium- und Magnesiumkarbonat geben, welche dadurch, dafs sie die fein suspendierten gelben Partikelchen mit zu Boden reifsen, leicht die Beobachtung beeinträchtigen können. Deshalb müssen vor der Probe auf Ammoniak die Erdalkalimetallsalze durch Zusätze kleiner Mengen von Natriumkarbonat (1 : 3) und (zur Vervollständigung der Fällung von Magnesiasalzen) von Natronlauge (1 : 4) als unlösliche Karbonate ausgefällt werden. Selbstverständlich dürfen diese Reagentien auch nicht die geringste Spur Ammoniak enthalten. Für 50 ccm Wasser genügt ein Zusatz von je $^1/_2$ ccm der beiden Lösungen.

Soll das Ammoniak quantitativ bestimmt werden, so arbeitet man am besten nach der kolorimetrischen Methode, welche von Frankland und Armstrong angegeben wurde. Im Prinzip ist das Verfahren dasselbe wie bei der kolorimetrischen Bestimmung der salpetrigen Säure, dafs nämlich die Intensität der Färbung, welche in 100 ccm des zu untersuchen-

den Wassers nach Zusatz einer bestimmten Menge des Nessler'schen Reagens entsteht, mit demjenigen Farbenton verglichen wird, welcher durch dieselbe Quantität des Reagens in destilliertem Wasser hervorgerufen wird, welches eine genau bestimmte Menge einer sehr verdünnten Chlorammoniumlösung von bekannter Konzentration enthält. Eine Hauptbedingung für das Gelingen dieser Bestimmung ist, dafs das Nessler'sche Reagens in der zu prüfenden Flüssigkeit nur eine Färbung, aber weder Trübung oder gar Fällung bewirkt. Am besten sind die Farbentöne zu erkennen, wenn der Ammoniakgehalt zwischen 0,05—1 mg auf 1 l Wasser schwankt. Ist mehr vorhanden, so wird das Wasser durch das Reagens so intensiv gefärbt, dafs man geringe Farbenunterschiede nicht mehr erkennen kann. In derartigen Fällen mufs eine entsprechende Verdünnung mit destilliertem Wasser erfolgen.

Die Chlorammoniumlösung von bestimmtem Gehalt stellt man aus reinem, über Schwefelsäure getrocknetem Chlorammonium her, indem man sich eine Lösung bereitet, welche in 1 ccm genau 1 mg Ammoniak enthält. Das Molekulargewicht des Chlorammoniums NH_4Cl ist gleich 53,5, dasjenige des Ammoniaks NH_3 ist gleich 17,0. Es entsprechen also $\frac{53,5}{17} =$ 3,147 Gewichtsteile Salmiak = 1 Gewichtsteil Ammoniak. Löst man nun 3,147 g Chlorammonium in 1 l destilliertem Wasser, so enthält 1 ccm der Lösung 1 mg Ammoniak. Mit Hilfe dieser Lösung bereitet man eine Lösung von 20 facher Verdünnung, indem man 50 ccm auf 1 l verdünnt; jeder Kubikzentimeter entspricht dann 0,05 mg Ammoniak.

Die Ausführung der Bestimmung ist nun höchst einfach und gestaltet sich genau wie die kolorimetrische Bestimmung der salpetrigen Säure. Als Vergleichszylinder werden wiederum die schon vorher benutzten Zylinder verwendet.

Hier möge noch eine Abart der kolorimetrischen Bestimmungsweisen beschrieben werden. Zur Ausführung der Ammoniakbestimmung werden 300 ccm des Wassers in einen hohen, engen, mit Glasstöpsel versehenen Glaszylinder gebracht und mit 2 ccm Sodalösung und 1 ccm Natriumhydratlösung versetzt, gut durchgeschüttelt und zur Absetzung der ausgefällten Karbonate der Erdalkalien ruhig hingestellt. Nach einiger Zeit wird der anfangs voluminöse Niederschlag kristallinisch und bildet nach mehreren Stunden am Boden des Zylinders eine dünne Schicht; einzelne Flocken, die an den Wandungen des Zylinders hängen geblieben sind, werden durch gelindes Schütteln ebenfalls zum Absetzen gebracht.

Nun nimmt man 3—4 hohe und enge Zylinder aus farblosem Glase mit dünnem Boden (ohne Fufs) und von ganz gleichem Durchmesser. In ein jedes dieser Gläser füllt man 100 ccm ammoniakfreies destilliertes Wasser, welches in den Zylindern eine 18—20 cm hohe Schicht einnehmen

mufs. Hierauf gibt man in die einzelnen Gläser einen abgemessenen, in gewissen Intervallen wachsenden Zusatz (0,2—1,0 ccm) der verdünnten Salmiaklösung und tröpfelt dann in jeden Zylinder 1 ccm Nefsler'sches Reagens. Hierdurch erhält man, je nach dem Ammoniakzusatz, in den verschiedenen Gläsern eine ungleiche Intensität der Gelbfärbung der Flüssigkeit. Zu gleicher Zeit beschickt man einen ganz gleichen Zylinder mit 100 ccm des zu untersuchenden, von den Salzen der Erdalkalien befreiten Wassers und vermischt ebenfalls mit 1 ccm Nefsler'scher Lösung. Sämtliche Zylinder stellt man sodann in einer Reihe auf ein untergelegtes weifses Papier und nach Verlauf von 5 Minuten vergleicht man den in dem zu untersuchenden Wasser aufgetretenen Farbenton mit den Färbungen in den übrigen Zylindern. Fällt nun eine Nuance mit einem der Vergleichszylinder zusammen, so ist auch der Ammoniakgehalt des zu prüfenden Wassers gleich demjenigen des Versuchszylinders; fällt dagegen die Nuance zwischen die zweier Vergleichsproben, so entspricht sie einem Ammoniakgehalt, welcher zwischen demjenigen dieser beiden Teile gelegen ist und kann eventuell noch genauer durch einen zweiten Versuch, der in gleicher Weise wie der erste, aber mit anderen Quantitäten von Salmiaklösung anzustellen ist, bestimmt werden. Es ist nicht statthaft, eine neue Menge Reagens zu einer Vergleichsflüssigkeit zuzusetzen, da sonst eine Trübung entsteht. Zur Beurteilung des Farbentones sieht man auch hier, wie vorhin, von oben durch die Flüssigkeitsschicht hindurch. Da eine wesentliche Änderung des Farbentones bei geringem Ammoniakgehalt der Flüssigkeit nicht während mehrerer Stunden eintritt, so können ein und dieselben Vergleichszylinder bei mehreren bald aufeinderfolgenden Bestimmungen benutzt werden.

Höchst einfach gestaltet sich die Berechnung der Resultate. Es hat sich z. B. herausgestellt, dafs in dem Zylinder, welcher den gleichen Farbenton wie der Versuchszylinder zeigt, 0,5 ccm der verdünnten Salmiaklösung vorhanden sind. Diese 0,5 ccm Salmiaklösung entsprechen 0,025 mg Ammoniak; 100 ccm des zu prüfenden Wassers enthalten also 0,025 mg und 1 l 0,25 mg Ammoniak.

Ist das Wasser bei zu hohem Gehalte an Ammoniak vorher verdünnt worden, so ist diese Verdünnung nachher in Rechnung zu nehmen.

Bei dem kolorimetrischen Verfahren ist die jedesmalige Herstellung der Farbentöne aus Lösungen von bekanntem Ammoniakgehalt umständlich; diesem Übelstande ist durch ein Kolorimeter mit fester Farbenskala, wie es J. König hat herstellen lassen, abgeholfen[1]) (Fig. 85).

Das Kolorimeter besteht aus 6 Farbenstreifen, welche je die Färbung bei einem bestimmten Ammoniakgehalt angeben; dasselbe ist um eine Achse

[1]) Ckemiker-Zeitung 1897, No. 60. Zu beziehen von Dr. Rob. Muencke, Berlin NW., Louisenstrafse 58.

drehbar. In einen seitlich angebrachten Schirm wird der Zylinder mit der Vergleichsflüssigkeit gestellt; als Zylinder wird der von Hehner gewählt, welcher bei 25, 50, 75 und 100 ccm eine Marke hat. In den Zylinder gibt man stets 100 ccm des zu untersuchenden Wassers und die vorgeschriebene Menge der Reagentien. Die Farbenstreifen haben dann mit dem Durchmesser und der Flüssigkeitssäule des Zylinders bis 100 ccm gleiche Breite und Höhe, wodurch die Vergleichung erleichtert wird. Zur Ausführung der Bestimmung werden 300 ccm Wasser in einem verschliefsbaren Zylinder mit 2 ccm Natriumkarbonatlösung und 1 ccm Natronlauge versetzt, durchgeschüttelt und zum Absetzen zurückgestellt. Die überstehende Flüssigkeit giefst man klar ab und in den Hehner'schen Zylinder; ist die Flüssigkeit nicht klar, so mufs dieselbe durch ein vorher durch Auswaschen von Ammoniak befreites Filter filtriert werden. Zu den 100 ccm der Flüssigkeit im Hehner'schen Zylinder fügt man 1 ccm Nefsler's Reagens; tritt gleich eine starke, ins Rötliche gehende Färbung ein, so nimmt man 2 ccm desselben, mischt gut und setzt den Zylinder mit der Flüssigkeit in den Schirm, um die Färbung mit den Farbentönen des Kolorimeters zu vergleichen. Würde die Stärke der Färbung über den höchsten Farbenton hinausgehen, so hat man die Versuchsflüssigkeit entsprechend zu verdünnen.



Fig. 85. Kolorimeter nach J. König.

10. Suspendierter und gelöster organischer Stickstoff und Ammoniak.

Je 200 ccm des unfiltrierten und des filtrierten Wassers (diese Bestimmungen kommen fast nur bei Abwässern in Frage) — oder bei geringhaltigen Wässern entsprechend gröfsere Mengen — werden in einem Kolben aus Jenaer Hartglas von 500—600 ccm Inhalt mit etwas saurem schwefligsauren Natrium, Eisenchlorid und einigen Tropfen Schwefelsäure bis auf 10—20 ccm eingekocht; darauf versetzt man den Rückstand mit 20 ccm konzentrierter Schwefelsäure und verfährt, wie bei der Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl (siehe unter Düngemittel) angegeben wird. Die Differenz zwischen dem Stickstoffgehalt des unfiltrierten und des filtrierten Wassers gibt die Menge des in suspendierter Form vorhandenen Stickstoffs; der Stickstoffgehalt des filtrierten Wassers gibt die Menge des in gelöster Form vorhandenen organischen und Ammoniakstickstoffes an.

11. Bestimmung des organisch gebundenen Stickstoffs (bezw. des sogenannten Albuminoïd-Ammoniaks).

Die Menge des sogenannten Albuminoïd-Ammoniaks ergibt sich als die Differenz von dem nach No. 10 gefundenen organischen und Ammoniakstickstoff. Die direkte Bestimmung erfolgt nach der Methode von Wanklyn, Chapman und Smith[1]) und beruht darauf, dafs aus den stickstoffhaltigen organischen Substanzen unter der Einwirkung einer stark alkalischen Kaliummanganatlösung ein von ihrer Natur abhängiger, mehr oder weniger bedeutender Prozentsatz des Stickstoffs in der Form von Ammoniak abgespalten wird.

Zweckmäfsig verbindet man die Bestimmung des albuminoïden Ammoniaks mit der Bestimmung des im Wasser vorhandenen, fertig gebildeten (anorganischen) Ammoniaks durch Destillation nach Miller.[2])

Die Reagentien, welche hierzu gebraucht werden, sind folgende:

1. Destilliertes, absolut ammoniakfreies Wasser (Herstellung siehe Anhang).
2. Nefsler'sches Reagens.
3. Alkalische Kaliummanganatlösung (Herstellung siehe Anhang).
4. Frisch geglühtes, festes Natriumkarbonat.
5. Verdünnte Chlorammoniumlösung von bestimmtem Gehalt (siehe unter 9).

Die Bestimmung selbst wird nun folgendermafsen ausgeführt: Eine etwas über 1 l fassende tubulierte Retorte, deren Tubus mit eingeschliffenem Glasstöpfsel versehen ist, wird derart mit einem Kühler verbunden, dafs der Retortenhals etwas schräg nach aufwärts, der Kühler aber schräg nach abwärts gerichtet ist. Durch diese Anordnung vermeidet man ein Überspritzen der Flüssigkeit beim Destillieren. Die Verbindung zwischen Retorte und Kühler darf nur durch Einstecken des Schnabels der Retorte in das oben erweiterte Ende des Kühlrohres geschehen, *nicht* durch einen Kork oder gar durch Kautschuk, was grobe Fehler in der Ammoniakbestimmung verursachen würde, da jene Substanzen selbst minimale Mengen NH_3 abgeben, die hier schon sehr in Betracht fallen. Man läfst nun 400 ccm des zu prüfenden Wassers durch den Tubus der Retorte fliefsen. Im Falle, dafs das Wasser sauer sein sollte, setzt man etwas Natriumkarbonat hinzu, um das präformierte Ammoniak frei zu machen. Man destilliert nun so schnell als möglich, indem man die Retorte direkt mit der Flamme erhitzt (Vorsicht beim Beginn!). Das Destillat fängt man in 4 Fraktionen von 50 zu 50 ccm in engen Zylindern von farblosem Glase auf und unterbricht die Destillation für einige Augenblicke, sobald der vierte Zylinder vollgelaufen ist. Die 4 Zylinder enthalten die gesamte Menge fertig gebildeten Ammoniaks, welches in den zum Versuche

---

[1]) J. A. Wanklyn, Analyse des Wassers, 1893.

[2]) Zeitschr. f. analyt. Chemie 1865, 459.

angewandten 500 ccm Wasser vorhanden war; dasselbe kann nach dem unter 9 beschriebenen kolorimetrischen Verfahren bestimmt werden.

Nun läfst man die Retorte völlig erkalten, nimmt den Glasstöpsel aus dem Tubus und giefst unter gelindem Umschütteln der Retorte durch einen sorgfältig gereinigten Trichter 50 ccm der stark alkalischen Kaliumpermanganatlösung in die Flüssigkeit. Die Retorte wird wieder verschlossen und die Destillation fortgesetzt, wobei je 50 ccm in 3 Glaszylindern aufgefangen werden. Dieses Destillat enthält nun das aus den stickstoffhaltigen organischen Substanzen gebildete Ammoniak, das ebenfalls kolorimetrisch bestimmt wird.

12. Organische Substanzen.

Gewöhnlich finden sich in reinen natürlichen Wässern nur geringe Mengen organischer Substanzen, welche dann im wesentlichen aus Zersetzungsprodukten von Pflanzenüberresten bestehen, meist nur wenig Stickstoff enthalten und als Humussubstanzen bezeichnet werden. In anderen Wässern, wie Fabrikwässern oder Abwässern, oder in Wässern, die irgend welchen Verunreinigungen von der Oberfläche ausgesetzt oder auch in Berührung mit verunreinigtem Boden gewesen sind, kommen aber auch stickstoffreiche Zersetzungsprodukte animalischer Abfälle und Überreste von Stoffwechselprodukten des tierischen Organismus vor. Die hierbei in Betracht kommenden organischen Verbindungen haben sehr verschiedene Eigenschaften. Sie sind teils leicht oxydierbar und leicht zersetzlich, teils wieder schwer oxydierbar und beständig; manche verflüchtigen sich schon bei relativ niedriger Temperatur mit den Wasserdämpfen, wogegen viele wieder beim Abdampfen zurückbleiben; ein Teil dieser Substanzen ist saurer, ein anderer wieder basischer Natur. Ebenso ist die Bedeutung derselben in hygienischer Beziehung eine total verschiedene, denn während die von Pflanzenüberresten herstammenden organischen Substanzen im allgemeinen als hygienisch indifferent betrachtet werden können, macht die Gegenwart stickstoffhaltiger Zersetzungsprodukte des animalen Stoffwechsels das Wasser in hohem Grade verdächtig.

Eine quantitative Bestimmung einzelner der im Wasser vorhandenen organischen Verbindungen ist so gut wie eine Unmöglicheit, da man über deren Zusammensetzung noch vielfach im Unklaren ist und dieselben in einer aufserordentlichen Mannigfaltigkeit vorliegen. Bei einer Analyse kann eben nur die Beantwortung der Frage verlangt werden können, ob das zu untersuchende Wasser beachtenswerte Mengen organischer Verbindungen enthält und ob die letzteren mehr pflanzlichen oder mehr animalischen Ursprunges sind. Betrachtet man die Analyse nur vom rein hygienischen Standpunkte aus, so ist letzteres viel wichtiger als ersteres.

Da die Menge der organischen Verbindungen im Wasser direkt zu bestimmen eine Unmöglichkeit ist, so begnügt man sich damit, auf indirektem Wege hiervon wenigstens eine annähernde Vorstellung zu bekommen. Man erreicht dieses Ziel, indem man die organischen Substanzen im Wasser mit naszierendem Sauerstoff zusammenbringt, die von ihnen gebundene Sauerstoffmenge bestimmt und aus der Menge der letzteren einen Rückschlufs auf die vorhandene Menge oxydierbarer organischer Stoffe macht.

Durch die Bestimmung des Albuminoïd-Ammoniaks erhält man eine wenigstens annähernd den wirklichen Verhältnissen entsprechende Antwort auf die zweite Frage durch Abspaltung und Bestimmung des Stickstoffes der organischen Substanzen in oben genannter Form.

In erster Linie soll jedoch hier auf die Oxydierbarkeit der organischen Bestandteile Rücksicht genommen werden und hierzu dient die im folgenden beschriebene Methode. Über die Bestimmung des Albuminoïd-Ammoniaks siehe unter 11.

Die Ermittelung der Oxydierbarkeit der organischen Substanzen im Wasser erfolgt am besten mafsanalytisch nach dem Verfahren von Kubel-Tiemann mit Kaliumpermanganat-Lösung bei saurer Reaktion der zu titrierenden Flüssigkeit. Solange organische Substanzen bei gleichzeitiger Anwesenheit reichlicher Mengen Schwefelsäure vorhanden sind, verläuft die Reduktion des Kaliumpermanganates nach folgender Gleichung:

$$2\,KMnO_4 + 3\,H_2SO_4 = 2\,MnSO_4 + K_2SO_4 + 3\,H_2O + 5\,O.$$

Aus 2 Molekülen Kaliumpermanganat bilden sich also 2 Moleküle farbloses Mangansulfat neben 5 Atomen Sauerstoff. Da das Molekulargewicht des Kaliumpermanganates = 158, dasjenige des Sauerstoffes = 16 ist, so liefern 316 Gewichtsteile Kaliumpermanganat 80 Gewichtsteile Sauerstoff, oder $\frac{316}{80} = 3{,}95$ g Kaliumpermanganat liefern 1 g Sauerstoff, welcher frei zur Oxydation der organischen Substanzen verwendet wird.

Zur Bestimmung sind folgende Lösungen und Flüssigkeiten erforderlich:

1. *Destilliertes Wasser.* Dies darf auf Kaliumpermanganat nicht oder nur äufserst wenig reduzierend wirken. Wenn von dem destillierten Wasser 100 ccm nicht mehr als höchstens 0,4 ccm der zu benutzenden Kaliumpermanganatlösung reduzieren, genügt es zur Bereitung der Titerflüssigkeiten. Die Darstellung eines derartigen Wassers geschieht so, dafs man das gewöhnliche destillierte Wasser mit etwas kristallisiertem Kaliumpermanganat und reinstem Natriumhydrat (man erhält dies durch Auflösen von 1 Teil frisch geschmolzenem, reinem, aus Natriummetall bereiteten Ätznatron in 2 Teilen destilliertem Wasser) mischt und das Wasser abdestilliert. Das zuerst übergehende Viertel des destillierten Wassers wird beseitigt, der Rest ist zur Bestimmung der Lösungen brauchbar.

2. *Verdünnte Schwefelsäure.* 3 Volumen reinsten Wassers werden mit 1 Volumen konzentrierter Schwefelsäure vermischt.

3. *Kaliumpermanganat-Lösung.* 0,320 bis 0,340 g kristallisiertes käufliches Kaliumpermanganat werden in 1 l reinem destilliertem Wasser aufgelöst. Da 316 Gewichtsteile Kaliumpermanganat 80 Gewichtsteilen Sauerstoff entsprechen, so würde man durch Auflösen von 0,316 g Kaliumpermanganat in 1 l Wasser sofort die gewünschte titrierte Lösung erhalten. Da aber eine so schwache Chamäleonlösung unbeständig ist, so ist es erforderlich, den Titer der Lösung vor jedesmaligem Gebrauch wieder mit Oxalsäure neu einzustellen. Das Kaliumpermanganat wirkt nämlich auf die im destillierten Wasser vorhandenen organischen Stoffe ein und verliert dadurch an seinem Oxydationswert. Es ist deshalb eine ganz bestimmte Regel, dafs man eine frisch bereitete Chamäleonlösung nicht gleich in Gebrauch nimmt, sondern möglichst lange, wenigstens aber 3 bis 4 Tage wartet, ehe ihr Titer eingestellt wird, denn dann ist die Wirkung der oxydierenden Substanzen des Wassers erschöpft. Nun ist aber die Titerstellung einer sehr verdünnten Kaliumpermanganat-Lösung aus dem einfachen Grunde keine sehr genaue, weil dabei von der zur Urprüfung verwendeten Substanz ein zu geringes Gewicht bezw. Volumen verwendet werden kann und weil daher die unvermeidlichen Fehler zu stark ins Gewicht fallen. Der naheliegende Kunstgriff, erst eine konzentrierte Lösung darzustellen, deren Titer genau zu bestimmen und dann durch Zusatz von Wasser eine schwächere Lösung herzustellen, führt gerade zu Ungenauigkeiten, deren Betrag nicht gut vollständig ermittelt und in Rechnung gezogen werden kann. Man kann sich dadurch helfen, dafs man dem zu verwendenden Wasser schon vorher ein wenig Chamäleonlösung zusetzt und es damit 8 bis 14 Tage stehen läfst; besitzt es dann in gröfserer Menge einen nur eben sichtbaren rosenroten Schein, so kann man es unbedenklich zur Verdünnung von stärkeren Lösungen benutzen. Ebenso entsteht kein merklicher Fehler, wenn man eine mit obigem destillierten Wasser verdünnte Kaliumpermanganat-Lösung *sofort nach ihrer Herstellung* benutzt. Man soll also so stark verdünnte Kaliumpermanganat-Lösungen nicht vorrätig halten, sondern nur stärkere Lösungen (höchstens $^1/_{10}$ Normal) anfertigen und aus diesen je nach Bedarf die schwächeren und schwächsten Lösungen herstellen, welche dann sofort verwendet werden müssen.

Lösungen von Kaliumpermanganat verändern sich selbstverständlich durch Berührung mit organischen Substanzen; man bemerkt dies an der Ausscheidung von braunem Mangandioxyd. Sie dürfen nicht durch Papier filtriert werden und ebenso müssen sie von jeder Art von Staub und Schmutz rein gehalten werden. Man bewahrt sie in Flaschen mit dichtschliefsenden Glasstopfen auf, welch letztere nicht eingefettet werden dürfen. Empfehlenswert ist es auch, sie nicht dem Sonnenlicht auszusetzen. Des Kautschuks

wegen sind Quetschhahnbüretten nicht anwendbar. Während man früher nur mit Gay-Lussac'schen Büretten arbeitete, werden jetzt ganz allgemein Glashahnbüretten verwendet. Nach Lunge ist ein schwaches Einfetten des Hahnes mit Vaselin unbedenklich.

4. *Oxalsäurelösung*. Bei der Siedetemperatur zerfällt die Oxalsäure durch naszierenden Sauerstoff zu Kohlensäure und Wasser. 1 Molekül Oxalsäure verbraucht hierzu 1 Molekül Sauerstoff. Die Zersetzung geschieht also nach folgender Gleichung:

$$(C_2O_4H_2 + 2\,H_2O) + O = 2\,CO_2 + 3\,H_2O.$$

Da nun das Molekulargewicht der Oxalsäure = 126, das des Sauerstoffes = 16 ist, so verbrauchen 126 g Oxalsäure 16 g Sauerstoff und 1 g Sauerstoff entspricht $\frac{126}{16} = 7{,}875$ g Oxalsäure. Lösen wir also 7,875 g Oxalsäure in 1 l Wasser, so verbraucht 1 ccm dieser Lösung gerade 1 mg Sauerstoff. Man stellt sich aber eine 10 mal schwächere Lösung dar und löst deshalb 0,7875 g zu einem Liter. Zur Herstellung der Oxalsäurelösung verwendet man reinste, durch rasches Abkühlen einer heifsen konzentrierten Lösung in dünnen Nadeln kristallisierte und bei gewöhnlicher Temperatur auf Filtrierpapier getrocknete Oxalsäure.

Titerstellung. Nach Kubel stellt man den Titer der Kaliumpermanganatlösung mit Hilfe der Oxalsäurelösung am besten bei Siedetemperatur und in saurer Lösung folgendermafsen ein: In einen Kolben von ca. 300 ccm Inhalt pipettiert man 100 ccm Wasser und 5 ccm Schwefelsäure von der bestimmten Verdünnung. Man erhitzt nun zum Kochen, setzt aus einer Bürette mit Glashahn 2—3 ccm der zu titrierenden Kaliumpermanganatlösung hinzu, kocht 10 Minuten, giefst dann unter Umschütteln in die heifse Lösung 10 ccm der titrierten Oxalsäurelösung, wobei sich die Flüssigkeit vollständig völlig entfärbt, und titriert nun mit dem Kaliumpermanganat (um die überschüssige Oxalsäure zu zersetzen) bis zum Auftreten einer ganz schwachen aber bleibenden Rosafärbung, die man am besten erkennt, wenn der Kolben auf ein weifses Papier gestellt wird. Im ganzen sind also dann so viel ccm Kaliumpermanganat verwendet worden, als erforderlich waren, um 10 ccm Oxalsäurelösung in Kohlensäure und Wasser zu zerlegen. Da hierzu 1 mg Sauerstoff erforderlich ist, so liefert die zur Zersetzung von 10 ccm Oxalsäurelösung verbrauchte Menge von Kaliumpermanganat genau 1 mg Sauerstoff. Sind z. B. nur 9,5 ccm Permanganat verbraucht worden, so entsteht aus 1 ccm dieser Lösung $\frac{1}{9{,}5} = 0{,}105$ mg Sauerstoff.

Will man nun die Bestimmung der organischen Substanzen im Wasser ausführen, so verfährt man in genau derselben Weise, wie soeben geschildert wurde. Man mufs aber hierbei darauf achten, dafs das Wasser

nach dem Zusatz des Kaliumpermanganates während des 10 Minuten langen Kochens auch wirklich rot und klar bleibt. Ist zu wenig Chamäleon hinzugesetzt, so entfärbt es sich. In derartigen Fällen läfst man noch einige Kubikzentimeter Permanganat hinzufliefsen. Mehr als 6—7 ccm Chamäleonlösung sollen im ganzen hierbei nicht verbraucht werden, denn sonst ändern sich die Beziehungen zwischen Schwefelsäureüberschufs und Kaliumpermanganat derart, dafs Braunstein unlöslich ausfällt. Um dies zu verhüten, kann man mehr Schwefelsäure zusetzen; jedenfalls aber ist dies nicht recht empfehlenswert und ist stets eine neue Bestimmung mit verdünntem Wasser vorzuziehen. Ganz nach den Verhältnissen kommen dann 50, 20, 10 oder noch weniger Kubikzentimeter zur Verwendung, welche dann natürlich entsprechend auf 100 zu verdünnen sind. Jedenfalls darf man sich nie mit nur einem Versuche begnügen, sondern stets Kontrollbestimmungen anstellen.

Zur Berechnung der Oxydierbarkeit des Wassers bringt man die ganze für die betreffende Probe verbrauchte Menge der Kaliumpermanganatlösung (also die vor dem Kochen zugegebene und die zum Rücktitrieren verwendete) in Rechnung. Es gibt dann 2 Möglichkeiten, um die Oxydierbarkeit des Wassers auszudrücken; es kann dies entweder dadurch geschehen, dafs man letztere durch die Anzahl der Milligramme Sauerstoff ausdrückt, welche zur Oxydation der organischen Substanzen in 1 l Wasser erforderlich waren, oder aber dafs man die Anzahl der hierzu verbrauchten Milligramme Kaliumpermanganat angibt.

Von der Gesamtmenge der bei der Bestimmung verbrauchten Kubikzentimeter Permanganatlösung zieht man die zur Oxydation der 10 ccm Oxalsäurelösung verwendeten ab, d. h. man zieht den Titer der Chamäleonlösung ab. Die so entstehende Differenz entspricht nun der Menge der zur Oxydation der organischen Substanz verbrauchten Kaliumpermanganatlösung. Sind z. B. 12,5 ccm Chamäleonlösung verbraucht, während der Titer derselben auf 9,5 eingestellt war, so sind zur Oxydation der organischen Stoffe in 100 ccm Wasser 12,5—9,5 = 3 ccm verwendet worden. Da nun 9,5 ccm Kaliumpermanganatlösung 1 mg Sauerstoff entsprechen, so erforderte die Oxydation der organischen Verbindungen in 100 ccm Wasser $\frac{3,0}{9,5} = 0,315$ mg Sauerstoff. Ein Liter würde 10 mal mehr, also 3,15 mg Sauerstoff brauchen. Will man in diesem Beispiele wissen, wieviel mg Kaliumpermanganat zur Oxydation der organischen Substanzen in 1 l Wasser erforderlich sind, so mufs die berechnete Sauerstoffmenge mit 3.95 multipliziert werden. Es wären dies in diesem Falle 3,15 . 3,95 = 12,442 mg Kaliumpermanganat.

Hält man die für dieses Verfahren vorgeschriebenen Bedingungen genau ein, so erhält man gute unter sich vergleichbare Zahlen. Abänderungen würden jedoch zu anderen Werten führen. Hier ist aber noch

zu bemerken, dafs eine bestimmte Kaliumpermanganatmenge nie stets ein und denselben Gehalt des Wassers an organischen Substanzen angibt, denn diese bedürfen je nach ihrer Zusammensetzung, ihrem Charakter und ihrer Herkunft entsprechend verschiedene Mengen Sauerstoff zu ihrer völligen Mineralisierung, auch verläuft der Prozefs der Mineralisierung der organischen Körper durch Kaliumpermanganat nicht gleichartig und auch nicht immer vollständig. So z. B. zeigte Tiemann, dafs Weinsäure bei 5 Minuten langem Kochen 75,06 Prozent der theoretisch erforderlichen Kaliumpermanganatmenge braucht, dafs bei Rohrzucker unter denselben Bedingungen nur 53,83 Prozent, bei Leucin 10,8 Prozent und bei Benzoësäure sogar nur 2,19 Prozent der theoretischen Menge gebraucht werden. Tiemann fand, dafs in keinem der von ihm untersuchten Fälle die Mineralisierung der organischen Substanz ganz zu Ende kam. Ist ein Wasser sehr stark verunreinigt, so wird es auch stets sehr stark reduzierend auf Kaliumpermanganat einwirken.

Auch die Dauer des Kochens ist von nicht zu unterschätzendem Einflusse für die Einwirkung des Chamäleons auf die organischen Verbindungen. Nach Tiemann's Untersuchungen ergibt sich, dafs bei zehn Minuten langem Kochen stets ein gröfserer Prozentsatz der theoretisch zur vollständigen Mineralisierung erforderlichen Menge von Kaliumpermanganat verbraucht wird, als bei nur 5 Minuten langem Kochen. Diese Differenz wird natürlich um so gröfser sein, je höher der Gehalt des Wassers an schwer oxydierbaren organischen Verbindungen ist. Im Interesse der Genauigkeit wäre es deshalb überhaupt wünschenswert, dafs statt nur 5 Minuten, wie dies noch vielfach geschieht, stets 10 Minuten lang gekocht wird.

Bisweilen zeigt sich besonders gegen Ende des Kochens, dafs die Flüssigkeit heftig stöfst. Dies kann man dadurch vermeiden, dafs man einige Stückchen ausgeglühten Bimsstein oder eine kleine Spirale aus ausgeglühtem Platindraht in den Kolben bringt.

Selbstverständlich können aus der Menge des verbrauchten Kaliumpermanganates nur dann gute Schlüsse auf die Menge der organischen Substanz gezogen werden, wenn andere Verbindungen wie Eisenoxydulsalze, Nitrite oder auch gröfsere Mengen Ammoniak, welche auf die Chamäleonlösung ebenfalls entfärbend einwirken, nicht zugegen sind. Bedeutendere Mengen von Nitriten sind nur in stark verunreinigten Wässern enthalten. Nach Kubel-Tiemann soll man in solchen Fällen neben der Titrierung der organischen Substanz in genau derselben Weise, mit derselben Kaliumpermanganatlösung, *nur ohne zu erwärmen,* eine Titrierung der salpetrigen Säure ausführen. Das Resultat wird dann auf die Weise korrigiert, dafs man das Resultat der Titrierung der salpetrigen Säure einfach von der für 100 ccm Wasser bei der Bestimmung der organischen Substanzen er-

haltenen Menge Permanganat abzieht und aus der Differenz den von den organischen Substanzen verbrauchten Sauerstoff abzieht.

Die Untersuchungen von Tiemann und Preufse zeigen, dafs erst verhältnismäfsig grofse Ammoniakmengen, wie sie auch in stark verunreinigten Wässern nur äufserst selten vorkommen, einen störenden Einflufs auf die Permanganatprobe ausüben, so dafs sie also bei der Bestimmung der Oxydierbarkeit des Wassers vernachlässigt werden können.

13. Eisen.

Im Wasser ist das Eisen gewöhnlich als doppeltkohlensaures Eisenoxydul gelöst und setzt sich dasselbe beim Stehen an der Luft als unlösliches braunrotes Eisenoxydulhydrat ab. Aus diesem Grunde mufs man ein Wasser, welches auf seinen Eisengehalt geprüft werden soll, zunächst von dem Gesichtspunkte aus betrachten, ob sich das Eisen bereits in Flocken von Oxydulhydrat abgeschieden hat oder noch in Lösung ist. In ersterem Falle sammelt man den gelbbraunen Bodensatz auf einem Filter, digeriert ihn mit heifser eisenfreier Salzsäure und prüft entweder mit Rhodankalium (Rotfärbung) oder mit Ferrocyankalium (Blaufärbung).

Wenn das Wasser das Eisen noch gelöst enthält, so weist man es qualitativ durch Zusatz von etwas Gallus- oder Gerbsäurelösung nach. Ist Eisen vorhanden, so tritt sofort eine zarte Rosafärbung auf, bei stärkerem Eisengehalt färbt sich das Wasser dunkelviolett.

Liegen sauer reagierende Wässer, welche bisweilen ziemlich erhebliche Mengen Ferrosulfat enthalten, vor, so fügt man zu dem eventuell etwas eingedampften Wasser einige Tropfen Salzsäure, sowie etwas Kaliumchlorat. Man erhitzt einige Zeit, um etwa vorhandene Ferrosalze in Ferrisalze überzuführen, und prüft sodann in der oben angegebenen Weise mit Rhodankalium oder Ferrocyankalium auf Eisen.

Das Eisen kann sowohl gewichtsanalytisch wie auch mafsanalytisch quantitativ bestimmt werden. In den meisten Fällen jedoch wird man die kolorimetrische Methode vorziehen, welche in derselben Weise ausgeführt wird, wie schon bei der salpetrigen Säure und dem Ammoniak angegeben wurde: Man vergleicht die Farbennuance, welche der Zusatz von Rhodanammonium zu einer bestimmten Menge des zu prüfenden Wassers hervorgebracht hat, mit jenen Farbentönen, welche durch Zusätze derselben Menge dieses Reagens zu gleichen Mengen destillierten Wassers entstanden sind, denen genau bekannte kleine Mengen von Eisenoxyd hinzugefügt sind.

Als Vergleichslösung benutzt man eine Ammoniak-Eisenalaunlösung, welche durch Auflösen von 8,606 g Eisenalaun in 1 l und Verdünnen von 1 ccm dieser Lösung auf 100 ccm erhalten worden ist, also im Liter 0,010 g Eisen enthält. Die konzentrierte Lösung, d. h. die durch Auflösen von 8,606 g Eisenalaun in 1 l Wasser erhaltene, ist bei Licht- und Luftab-

schlufs längere Zeit haltbar, trübt sich aber zuweilen schon nach kurzer Zeit. Jedenfalls kann sie durch Zusatz von etwas Schwefelsäure haltbarer gemacht werden. Setzt man z. B. zu einer die obige Menge Eisenalaun enthaltenden Lösung vor dem Auffüllen zur Litermarke 5 ccm reine konzentrierte Schwefelsäure, so wird diese Flüssigkeit auch nach langer Zeit keine Trübung zeigen.

Mit Hilfe dieser Eisenalaunlösung werden die kolorimetrischen Bestimmungen wie folgt ausgeführt: Man nimmt die beiden Zylinder, welche bei der Ammoniakbestimmung benutzt werden, füllt in den einen, den Versuchszylinder, 50 ccm des zu untersuchenden Wassers, dann 2 ccm einer Oxydationslösung (reine, freies Chlor enthaltende Salzsäure, Bereitung siehe Anhang), ferner 2 ccm einer 10 prozentigen Rhodanammoniumlösung und füllt zu 100 auf. In den Vergleichszylinder bringt man 10 ccm der obigen verdünnten Eisenalaunlösung, ferner dieselbe Menge der Oxydations- und Rhodanammoniumlösung wie vorher und füllt auch zu 100 ccm auf. Die 100 ccm Vergleichslösung enthalten demnach 0,0001 g Eisen. Durch Vergleichung der Farbenintensität in der nämlichen Weise, wie dies bei anderen kolorimetrischen Bestimmungen beschrieben wurde (S. 298), stellt man sich zwei gleichartig gefärbte Flüssigkeiten her. Die Berechnung des Eisens geschieht dann in bekannter Weise.

14. Kohlensäure.

1. *Freie Kohlensäure.* Zur qualitativen Prüfung auf Kohlensäure benutzt man Rosolsäurelösung (1 Teil Rosolsäure in 500 Teilen 80 prozentigem Alkohol und Zusatz von Ätzbaryt oder Natronlauge bis zur beginnenden rötlichen Färbung). Bei Gegenwart von freier Kohlensäure wird dieselbe gelb. Soll die Kohlensäure quantitativ bestimmt werden, so titriert man nach Trillich mit $^1/_{10}$ Normal-Natronlauge mit Phenolphtaleïn als Indikator, bis die Flüssigkeit deutlich rot bleibt. 1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natronlauge ist gleich 4,4 mg Kohlensäure.

2. *Halbgebundene und freie Kohlensäure.* Man arbeitet nach der folgenden, von H. Trillich angegebenen Methode. 100 ccm des Wassers werden mit 45 ccm Barytwasser (7 g Barythydrat und 0,2 g Baryumchlorid im Liter) und 5 ccm Baryumchloridlösung (1 : 10) gut durchgeschüttelt und darauf die Lösung zum Absetzen des Niederschlages 12 Stunden stehen gelassen. Von der überstehenden klaren Flüssigkeit werden 50 ccm mit Salzsäure unter Anwendung von Phenolphtaleïn als Indikator titriert. Die Salzsäure ist so eingestellt, dafs 1 ccm = 1 mg CO_2 ist. Zu diesem Zwecke verdünnt man 7 ccm Salzsäure vom spez. Gewicht 1,124 auf 1 l, so dafs 22 ccm dieser Säure 10 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natronlauge neutralisieren. Darauf bestimmt man die Magnesia im Wasser gewichtsanalytisch und rechnet dieselbe durch Multiplikation mit $^{44}/_{40} = 1,1$ auf Kohlensäure um.

Die Differenz der durch Titration mit Salzsäure festgestellten Zahl und dieser letzteren Zahl gibt uns den Gehalt an freier und halbgebundener Kohlensäure an.[1])

3. *Gesamtkohlensäure.* 250 ccm des zu untersuchenden Wassers versetzt man in einem $^1/_2$ Literkolben mit 250 ccm gesättigtem und filtriertem Kalkwasser, dem etwas Kalziumchlorid zugesetzt ist. Man schüttelt öfters um, bis sich der Niederschlag abgesetzt hat, filtriert letzteren rasch durch ein Faltenfilter ab, welches man, ohne es auszuwaschen, sofort in den Kolben zurückbringt. Diesen schaltet man in einen schon vorher zusammengesetzten Kohlensäurebestimmungs-Apparat ein und fängt die Kohlensäure, welche in dem Kolben durch Salzsäure freigemacht wird, in bekannter Weise in einem gewogenen Liebig'schen Kaliapparat auf.[2])

Die Kohlensäure kommt im Wasser einesteils absorbiert (als freie Kohlensäure), andernteils aber an Alkalien und besonders an Erdalkalien gebunden vor. Hauptsächlich geschieht diese Bindung in der Form von sauren Erdalkalisalzen (Bikarbonaten) und vorwiegend in der Form des sauren Kalziumkarbonates, $Ca < \begin{matrix} CO_2OH \\ CO_2OH \end{matrix}$. Diese Verbindung zerfällt schon beim Stehen des Wassers an der Luft, besonders aber beim Kochen in Kohlensäure und neutrales Kalziumkarbonat:

$$Ca < \begin{matrix} CO_2OH \\ CO_2OH \end{matrix} = CaCO_3 + CO_2 + H_2O.$$

Letzteres ist in Wasser beinahe unlöslich, während die freie Kohlensäure entweicht. Das leicht zerlegbare Kalziumkarbonat faſst man für gewöhnlich als die Verbindung von 1 Molekül neutralem Kalziumkarbonat mit 1 Molekül halb- oder locker gebundener Kohlensäure auf. Aus diesem Grunde sagt man, daſs das Wasser neben *„freier"* auch noch *„halbgebundene"* und *„festgebundene"* Kohlensäure enthält.

15. Schwefelwasserstoff.

Den Gehalt eines Wassers an Schwefelwasserstoff bestimmt man am besten kolorimetrisch. Zu diesem Zwecke setzt man zu 100 ccm Wasser 1 ccm Nitroprussidnatrium-Lösung (2 g per Liter) und vergleicht die entstehende Violettfärbung mit einer Farbenskala, deren verschiedene Farbentöne einen bestimmten Gehalt an Schwefelwasserstoff angeben.

Die Bestimmung des Schwefelwasserstoffes kann auch auf die Art geschehen, daſs man denselben durch ammoniakalische Silberlösung bindet, das abgeschiedene Schwefelsilber abfiltriert, in Salpetersäure löst und das Silber als Chlorsilber fällt und bestimmt. 1 g Chlorsilber entspricht

[1]) Lunge, Chemisch-technische Unters. I, 781.
[2]) Ebenda I, 142 ff.

0.1164 g Schwefelwasserstoff. Leider ist diese Methode etwas ungenau, weil die organische Substanz des Wassers leicht reduzierend auf die Silberlösung einwirkt.

16. Bestimmung des im Wasser gelösten Sauerstoffs.

Zur Bestimmung des gelösten Sauerstoffs im Wasser eignet sich am besten das Verfahren von L. W. Winkler,[1]) welches darauf beruht, dafs Manganohydroxyd bei Gegenwart von Alkali durch den Sauerstoff zu Manganihydroxyd oxydiert wird, welch letzteres durch Salzsäure in Manganichlorid übergeführt wird; dieses aber zerfällt sogleich in Manganochlorid und Chlor, das Chlor setzt aus Jodkalium Jod in Freiheit und das Jod wird durch Natriumthiosulfatlösung titrimetrisch bestimmt.

Diese Umsetzungen werden durch die folgenden Gleichungen ausgedrückt:

1. $2\, MnCl_2 + NOH = 4\, NaCl + 2\, Mn(OH)_2$.
2. $2\, Mn(OH)_2 + O + H_2O = Mn_2(OH)_6$.
3. $Mn_2(OH)_6 + 6\, HCl = Mn_2Cl_6 + 6\, H_2O$.
4. $Mn_2Cl_6 + 2\, KJ = 2\, MnCl_2 + 2\, KCl + 2\, J$.
5. $J_2 + 2\, Na_2S_2O_3 = Na_2S_4O_6 + 2\, NaJ$.

Man benötigt zur Ausführung der Bestimmung folgender Reagentien (deren Bereitung siehe Anhang):

a) Manganchlorürlösung, welche 80 g kristallisiertes Manganchlorür in 100 ccm Wasser enthält.
b) Alkalische Jodkaliumlösung, 10 g Jodkalium in 100 g 33 % Natronlauge gelöst.
c) Konzentrierte Salzsäure.
d) $^1/_{100}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung, 1 cm entspricht 0,055825 Sauerstoff bei 0° C. und 760 mm.
e) Jodzinkstärkelösung als Indikator.

Zur Ausführung der Bestimmung benutzt man starkwandige, etwa 500 ccm fassende Flaschen mit engem Hals und gut eingeschliffenen Glasstöpseln, deren Inhalt genau bekannt ist. Das zu untersuchende Wasser läfst man in eine derartige Flasche entweder durch Untertauchen der Flasche in Wasser oder durch Einlaufenlassen des letzteren vermittelst einer auf den Boden der Flasche reichenden Pipette ein, wobei streng darauf zu sehen ist, dafs der Luftzutritt zum Wasser ein möglichst geringer und die Bewegung eine möglichst schwache ist. Die Flasche wird mit dem Wasser bis zum Überlaufen gefüllt, worauf man mittelst einer langstieligen Pipette, die man bis auf den Boden der Flasche einsenkt, zuerst

[1]) Berichte der Deutsch. chem. Gesellschaft 21 (1888), 2843; Lunge, Chemisch-technische Unters. I. 752 und 779.

4 ccm alkalische Jodkaliumlösung und nachher 4 ccm Manganchlorürlösung hinzufliefsen läfst, drückt den Stopfen fest ein, so dafs keine Luftblasen zurückbleiben, und schüttelt um. Benutzt man kleinere Flaschen, so nimmt man entsprechend weniger von den genannten Lösungen.

Nun läfst man den sich bildenden gelbbraunen Niederschlag von Manganoxyd und Manganoxydulhydrat absitzen und wartet, bis die Flüssigkeit über demselben sich vollständig geklärt hat; sodann fügt man auf dieselbe Weise wie vorher 5 ccm konzentrierte Salzsäure zu, drückt den Stopfen wieder gut ein und schüttelt. Hierbei löst sich der Niederschlag und die Flüssigkeit wird von ausgeschiedenem Jod braun gefärbt.

Zur titrimetrischen Bestimmung nimmt man aus der Flasche mit einer Pipette 100 ccm der braunen Lösung, gibt sie in ein Erlenmeyerkölbchen, setzt 2 ccm Jodzinkstärkelösung hinzu, wodurch die Flüssigkeit blaugrün wird, und läfst nun aus einer Bürette so lange Natriumthiosulfatlösung hinzufliefsen, bis die Flüssigkeit soeben farblos wird.

Zur Kontrolle der Bestimmung wiederholt man den Versuch mit einer neuen Menge von 100 ccm Wasser aus derselben Flasche.

Aus der verbrauchten Menge Natriumthiosulfatlösung berechnet man nun den Sauerstoffgehalt in folgender Weise:

Ein jeder Kubikzentimeter der $^1/_{100}$ Normallösung von Natriumthiosulfat entspricht 0,0000798 g Sauerstoff oder, da 1 l Sauerstoff bei 0° und 760 mm Druck 1,42967 g wiegt, 0,055825 ccm. Man erhält also durch Multiplikation der bei der Titration des ausgeschiedenen Jods verbrauchten Kubikzentimeter Natriumthiosulfatlösung mit 0,055825 die Zahl der in der zum Versuch benutzten Wassermenge enthaltenen Kubikzentimeter Sauerstoff. War das Volumen der Flasche $= a$, so wurde die in $a - 8$ ccm Wasser enthaltene Sauerstoffmenge gemessen. Benötigten nun 100 ccm der Flüssigkeit b ccm Natriumthiosulfatlösung, so brauchten a ccm Flüssigkeit $\frac{a \cdot b}{100}$ ccm Natriumthiosulfatlösung, welche $\frac{a \cdot b}{100} \cdot 0{,}055825$ ccm Sauerstoff entsprechen. Da diese Menge Sauerstoff in $a - 8$ ccm Wasser enthalten ist, so sind in 1 l Wasser

$$\frac{a \cdot b \cdot 0{,}055825 \cdot 1000}{(a - 8) \cdot 100} \text{ ccm Sauerstoff}$$

von 0° und 760 mm Druck vorhanden.

Beispiel. Die geeichte Flasche hatte einen Inhalt von 528 ccm. Nach Einbringung von 4 ccm Manganchlorürlösung und 4 ccm Salzsäure war das Wasservolumen noch $528 - 8 = 520$ ccm; 100 ccm der Jodlösung erforderten 4,5 ccm Natriumthiosulfatlösung, somit brauchten 528 ccm Flüssigkeit $5{,}28 \cdot 4{,}5 = 23{,}76$ ccm dieser Lösung, was $23{,}76 \cdot 0{,}055825 =$ 1,3264 ccm Sauerstoff entspricht. Es enthalten also 520 ccm Wasser 1,3264 ccm Sauerstoff und somit 1 l Wasser

$$\frac{1{,}3264 \cdot 1000}{520} = 2{,}55 \text{ ccm Sauerstoff}$$

von 0° und 760 mm Druck.

Bei der Bestimmung des gelösten Sauerstoffes im Wasser können bedeutende Fehler bei harten Wässern, welche grofse Mengen von Bikarbonaten enthalten, dann entstehen, wenn man zu geringe Mengen von Reagentien (hauptsächlich von Natronlauge oder von Manganchlorür) anwendet. In diesen Fällen erhält man vermutlich deshalb so niedrige Resultate, weil das kaustische Alkali und das Manganchlorür sich in Karbonate verwandeln, wobei anzunehmen ist, dafs das Mangankarbonat durch Sauerstoff nur träge oxydiert wird.

Sind im Wasser Nitrite vorhanden, so müssen diese zuerst in Salpetersäure übergeführt werden. Bei der Einwirkung von Nitrit auf Jodwasserstoff entsteht neben freiem Jod noch Stickstoffoxyd, welches die Reaktion dadurch stört, dafs es aus der Luft Sauerstoff auf den Jodwasserstoff übertragen kann. Die Oxydation der Nitrite zu Salpetersäure gelingt dadurch, dafs das Jodkalium erst nach dem Zusatz der Salzsäure hinzugefügt wird und diese dann die Reaktion durch das infolge der Einwirkung von Salzsäure aus dem Manganchlorid freiwerdende Chlor bewirkt. Hierbei ist zur Ermittelung des verloren gehenden Sauerstoffes eine Korrektur notwendig, deren Wert sich ergibt, wenn man eine gemessene Menge des zu untersuchenden Wassers mit überschüssiger Manganchloridlösung versetzt und bestimmt, wieviel von dem wirkungsfähigen Chlor verschwunden ist. Die Manganchloridlösung wird in der Weise hergestellt, dafs man in $^1/_2$ l destilliertem Wasser ungefähr 1 ccm von der kein Jodkalium enthaltenden Natronlauge bringt, dann 5—10 Tropfen von der Manganochloridlösung hinzufügt, mischt und so viel Salzsäure zugibt, dafs sich der Niederschlag löst. Von dieser Lösung verdünnt man je 100 ccm einmal mit destilliertem Wasser und dann mit dem zu untersuchenden Wasser, fügt zu beiden Flüssigkeiten Jodkalium und berechnet aus der verbrauchten Natriumthiosulfatlösung den Wert der Korrektion für 100 ccm Wasser. Aus dieser letzteren Zahl ergibt sich dann der Wert der Korrektion für die bei der Bestimmung des Sauerstoffes verwendete Wassermenge, welcher zu der dort verbrauchten Natriumthiosulfatmenge hinzuzuaddieren ist.

17. Nachweis von Eiweifsverbindungen, Zucker, Stärke, Hefe.

Eiweifsverbindungen werden in Abwässern am zweckmäfsigsten mittelst der Biuret-Reaktion nachgewiesen. Zu diesem Zwecke versetzt man das Wasser mit sehr viel konzentrierter Natronlauge und einigen Tropfen einer 1 prozentigen Lösung von Kupfersulfat; sind Eiweifsverbindungen vorhanden, so tritt eine rotviolette Färbung ein.

Ebenso kann man auch Eiweifsverbindungen in Abwässern mit Hilfe des Millon'schen Reagenses nachweisen. Sind Eiweifsverbindungen vorhanden, so wird das Wasser rosenrot gefärbt. Zu diesem Nachweise wird das Abwasser eingedampft — bei kalkhaltigen Wässern nach dem Sättigen mit Kohlensäure —, falls Schwefelwasserstoff vorhanden ist, mit Bleiessig gefällt und bei 60° C. mit dem Millon'schen Reagens versetzt.

Zucker wird nach genügender Konzentration mit Fehling's Lösung, Stärke und Hefe nach dem Zentrifugieren des Abwassers mikroskopisch nachgewiesen.

18. Reinigung des Wassers mit Kalk oder Soda.

Um die für eine eventuelle Reinigung des Wassers zu verbrauchenden Mengen Kalk oder Soda festzustellen, mögen folgende Vorschriften dienen:[1])

1. 200 ccm des Wassers werden mit ganz klarem Kalkwasser, dessen Titer gegen $^1/_5$ Normal-Salzsäure mit Phenolphtaleïn festgestellt ist, versetzt. Das zu prüfende Wasser wird ebenfalls mit Phenolphtaleïn versetzt und so lange Kalkwasser hinzugefügt, bis die erste, kurze Zeit bleibende Rötung eintritt. Hierbei wird Kalk verbraucht nicht allein zur Umwandlung von Kalziumbikarbonat in normales Karbonat, sondern auch zur Sättigung der freien Kohlensäure und zur Fällung von organischen Substanzen usw., was aber im grofsen ganz ebenso nötig ist, so dafs obige Probe den auch im grofsen zu gebenden Kalkzusatz anzeigt.
2. Die bei No. 1 bleibende trübe Flüssigkeit wird filtriert und das Filtrat mit $^1/_5$ Normal-Natriumkarbonat versetzt, dessen Überschufs durch Filtrieren und Rücktitrieren mit $^1/_5$ Normal-Salzsäure ermittelt wird. Hierdurch findet man die Menge der Soda, welche man aufser dem Kalkwasser im grofsen zusetzen mufs, um das Kalziumsulfat zu zersetzen.

19. Probenahme für Abwässer.

Wie schon eingangs (S. 278) bemerkt, müssen die für die Probenahme bestimmten Flaschen absolut rein sein. Ehe man die Flaschen mit dem zu untersuchenden Wasser anfüllt, müssen sowohl Flaschen wie auch die Korke mehrmals mit dem zu untersuchenden Wasser gespült werden.

Die Menge des bei der Probenahme zu entnehmenden Wassers soll 2–4 l betragen. Sind Probenahmen für gerichtliche Zwecke erforderlich, so müssen dieselben von dem Sachverständigen genommen werden.

Wie überall bei einer Probenahme, so kommt es auch bei dem Wasser auf eine wirklich gute, den Tatsachen entsprechende Probe an. Deshalb

---

[1]) Lunge, Chemisch-technische Unters. I, 761.

mufs man wissen, ob ein Abwasser stets und ständig dieselbe Zusammensetzung zeigt, oder ob sich die Zusammensetzung im Laufe des Tages ändert, oder auch ob das Abwasser nur zeitweise und nicht fortwährend den ganzen Tag über abfliefst.

Fliefst ein Abwasser während des ganzen Tages in gleichmäfsiger Beschaffenheit ab, so kann die Probe zu jeder Tageszeit genommen werden.

Zeigt es sich aber, dafs die Zusammensetzung desselben sich im Laufe des Tages verändert, so müssen in kurzen Zwischenräumen mittelst eines Schöpfgefäfses Einzelproben genommen werden, welche man in einem grofsen Fasse oder in einem reinen Säureballon sammelt, dann gut durchmischt und von dieser grofsen Menge eine Durchschnittsprobe für die Analyse nimmt.

Wird das Abwasser nur zu bestimmten Zeiten abgelassen, so mufs die Probe gerade zu dieser bestimmten Zeit entnommen werden. Ändert sich die Zusammensetzung, so müssen wieder jedesmal Einzelproben genommen und diese dann in der oben angegebenen Weise gemischt werden.

Will man durch die Untersuchung die Wirkung irgend eines Reinigungsverfahrens kontrollieren, so ist zu beachten, dafs das abfliefsende gereinigte Wasser auch dem ungereinigten Abwasser entspricht. Hierbei mufs man wissen, wieviel Zeit die Reinigung in Anspruch nimmt.

Handelt es sich nur darum, den Einflufs irgend eines Wassers auf einen öffentlichen Flufslauf festzustellen, so mufs ermittelt werden, ob das Flufswasser durch das Abwasser eine für bestimmte Zwecke schädliche Beschaffenheit angenommen hat. Hierbei genügt es nun nicht, nur allein nachzuweisen, dafs das Abwasser wirklich schädliche Bestandteile enthält, sondern man mufs auch die schon einige Zeit gemischt fliefsenden Wässer einer Untersuchung unterziehen. Aus diesem Grunde mufs man einmal oberhalb und ein andermal unterhalb der Einflufsstelle Proben entnehmen. Dabei ist noch zu beachten, dafs das Wasser oberhalb der Einmündungsstelle nicht infolge des Rückstaues mit dem betreffenden Abwasser bereits vermischt ist, es ist auch noch ferner zu berücksichtigen, ob nicht schon etwa das Wasser vorher mit irgend einem andern Abwasser gemischt worden ist. Unterhalb der Einmündungsstelle kann die Probe erst an der Stelle des Flufslaufes geschehen, wo man annehmen kann, dafs eine vollkommene Mischung eingetreten ist. Bei der geringen Stromgeschwindigkeit eines ruhig fliefsenden Flufslaufes kann die vollkommene Mischung eventuell erst nach vielen Kilometern stattgefunden haben. In einem solchen Falle ist auch wiederum darauf Rücksicht zu nehmen, ob nicht schon wieder weitere fremde Einflüsse stattgefunden haben.

Jedenfalls ersieht man hieraus, dafs die richtige Probenahme eine keineswegs leichte Sache ist und sich stets nach den gegebenen Umständen richten mufs.

Vorteilhaft ist es, nicht nur von einer Stelle Proben zu nehmen, sondern von beiden Seiten, von der Mitte sowie aus gröfserer und geringerer Tiefe des Wasserlaufes, und nur ein gut gemischtes Durchschnittsmuster zur Untersuchung zu verwenden.

20. Zusammenstellung der analytischen Zahlen.

Die bei der Analyse eines Wassers erhaltenen Zahlen pflegt man im allgemeinen auf 100000 Teile Wasser zu beziehen.

Zuerst sind die bei der Prüfung gefundenen Beobachtungen über die physikalischen Eigenschaften (siehe S. 280) anzugeben.

Dann sind die ermittelten chemischen Daten aufzuführen, welches entweder so geschieht, dafs man jeden einzelnen Bestandteil für sich anführt, oder auch die Zahlen so umrechnet, dafs man z. B. das Eisen als doppeltkohlensaures Eisen oder den Kalk als kohlensaures und schwefelsaures Kalzium (Gips) angibt. Jedenfalls ist das erstere empfehlenswerter.

Eine nach der ersteren Methode berechnete Wasseranalyse würde also folgendermafsen aussehen (gewünscht sind nur die in der Analyse bezeichneten Körper und Bestimmungen):

In 100000 Teilen Wasser sind enthalten:

58,90	Teile	Abdampfrückstand
7,80	„	Glühverlust
51,10	Teile	mineralische Stoffe.

Härte des Wassers:

a) Gesamthärte	53,4°.
b) Bleibende Härte	5,7°.

Kalk	29,60	Teile.	
Magnesium	0,32	„	
Schwefelsäure	4,25	„	
Chlor	0,70	„	
Eisen.	0,15	„	
Gelöste organische Stoffe . . .	1,90	„	Kaliumpermanganat.
Salpetersäure	1,20	„	
Salpetrige Säure	Spuren		
Ammoniak	0,65	„	

Kalk.

1. Kalkstein.

Das Rohmaterial zur Erzeugung des gebrannten Kalkes und der Kohlensäure bilden die verschiedensten Arten Kalksteine, vom härtesten Marmor bis zur weichesten Kreide. Der prinzipielle Unterschied dieser Materialien ist der, dafs das betreffende Gestein mit zunehmender Härte auch zunehmend reiner wird und so einen ausgiebigeren Kalk liefert.

Da es für die Zuckerindustrie von gröfster Wichtigkeit ist, einen möglichst hohen Prozentsatz von sowohl Kohlensäure als auch Ätzkalk zu erhalten, so wird ein Kalkstein für diese Zwecke um so geeigneter sein, je mehr er Ausbeute an reinen Produkten liefert.

Der in der Natur vorkommende Kalkstein enthält fast immer noch neben tonigen Anteilen (Kieselsäure, Tonerde und Eisenoxyd) Magnesia, welche gewöhnlich als kohlensaure Magnesia vorkommt, dann organische Substanz (Bitumen und Kohle), Feuchtigkeit und endlich Schwefelkies, sowie auch Alkalien, seltener Phosphorsäure und Manganoxydul. Direkt schädlich für die Zwecke der Zuckerindustrie ist ein gröfserer Gehalt an Gips und Alkalien, welche, durch das Brennen des Kalkes in lösliche Formen übergeführt, durch die Reinigungsmethoden im Fabrikbetriebe nicht ausgeschieden werden können, also in den Säften verbleiben, dadurch den Gehalt an Salzen erhöhen und so einen ihrer Menge entsprechenden Anteil an der Melassebildung nehmen. Ebenso macht ein gröfserer Gehalt an Magnesia den betreffenden Kalkstein für die Zuckerfabrikation ungeeignet, da durch die Magnesia eine Vermehrung des Scheideschlammes bewirkt wird und so merkliche Zuckerverluste eintreten können. Ein höherer Tongehalt des Kalksteines ist, wenn auch nicht direkt schädlich, doch insofern unbequem, dafs er als Ballast mitgeht und, wie die Magnesia, die Menge des Scheideschlammes vermehrt.

In einem guten Kalksteine sollen nicht über 0,4 Prozent Gips enthalten sein, die Gesamtmenge der Verunreinigungen soll nicht über 10 Prozent betragen.

Ehe man den Kalkstein einer exakten Analyse unterwirft, ist es empfehlenswert, durch einige technische Vorprüfungen den Gehalt des

Kalkes an kohlensaurem Kalk, sowie (wenn erforderlich) den Tongehalt festzustellen.

---

a) Vorprüfungen.

Bestimmung des Gehaltes an kohlensaurem Kalk vermittelst des Kalzimeters.

Die Bestimmung des Gehaltes an kohlensaurem Kalk vermittelst des Kalzimeters ist eine volumetrische und geschieht in der Weise, dafs der feingepulverte Kalkstein in einem geschlossenen Glasgefäfse durch Salzsäure zersetzt und die entwickelte Kohlensäure in einer Mefsröhre aufgefangen wird. Naturgemäfs wird man hierbei kleinere Mengen von kohlensaurer Magnesia übersehen. Dagegen sind gröfsere Mengen (über 3 Prozent Magnesia) sofort leicht am Apparate zu erkennen. Die kohlensaure Magnesia gibt bei der Zersetzung mit Salzsäure ihre Kohlensäure viel schwerer und langsamer ab als der kohlensaure Kalk. Sollte man nach dem ersten Ablesen an der Mefsröhre eine nach und nach zunehmende Volumvergröfserung beobachten, so kann man mit aller Sicherheit auf einen 3 Prozent übersteigenden Gehalt an Magnesia schliefsen.



Fig. 86. Kalzimeter nach Baur.

Selbstverständlich ist auch hier vor dem Beginn der Untersuchungen auf die Zusammenstellung eines guten Durchschnittsmusters zu sehen. Zu diesem Zwecke nimmt man von verschiedenen Stellen und von verschiedenen Steinen kleinere Stückchen, welche zusammen zerkleinert und gesiebt werden. Von diesem grofsen Durchschnittsmuster zieht man ungefähr 100 g heraus, welche nun im Achatmörser zu einem unfühlbaren feinen Staube zerrieben werden.

Das einfachste Kalzimeter ist das nach Baur, welches in seiner ursprünglichen Form in Fig. 86 abgebildet ist. Die Kohlensäure wird in dem kleinen Entwickelungsfläschchen entwickelt und im Mefsrohr über einer geeigneten Sperrflüssigkeit aufgefangen. Nach Schoch[1]) verwendet man Wasser, welches mit Borsäure abgekocht und mit Lackmus schwach

[1]) Lunge, Chemisch-technische Unters. I, 606.

gefärbt ist. Bei dem Apparate sowie allen gasvolumetrischen Apparaten, bei welchen Wasser als Sperrflüssigkeit dient, sind die Röhren innerlich sorgfältig mittelst heifser Sodalösung und dann mit konzentrierter Schwefelsäure von Fettteilchen zu befreien, da sonst Tropfen an den Wandungen hängen bleiben.

Der Auffangzylinder besteht aus einem inneren, dem Mefszylinder, und dem äufseren, dem Ausgleichzylinder. Die Mefsröhre ist von 0—100 geteilt. Um bei einem Versuche die Sperrflüssigkeit mit dem Niveau des Wassers der Mefsröhre gleich hoch zu halten, läfst man dasselbe einfach aus dem Hahn unten ausfliefsen.

Um nun eine Bestimmung auszuführen, füllt man die Röhren mit dem Absperrwasser, bestimmt Temperatur und Barometerstand, wodurch man aus der Tabelle die Menge der abzuwägenden Substanz ermittelt. Nun bringt man letztere in das Entwicklungsgefäfs, füllt in ein Säuregläschen 5 ccm Salzsäure, schliefst das Entwicklungsgefäfs mit dem Stopfen, gleicht den dadurch eintretenden Niveauunterschied in den Röhren aus, läfst die Salzsäure auf die Substanz fliefsen und reguliert nun die Niveauunterschiede zwischen Mefsröhre und Ausgleichsröhre durch Ausfliefsenlassen des Absperrwassers. Hat die Gasentwicklung aufgehört, so läfst man noch 2—3 Minuten abkühlen, stellt genau auf gleiches Niveau ein und liest das Gasvolumen, von welchem bei den vorgeschriebenen Mengen Substanz ein jeder Kubikzentimeter Kohlensäure 1 Prozent kohlensauren Kalk anzeigt, an der Mefsröhre ab. Bei 15° C. und 754 mm Druck sind z. B. 0,4133 g Substanz abzuwägen.

(Siehe Tabelle XIII, S. 320 und 321.)

Titrimetrische Kalkbestimmung.

Will man den Kalk titrimetrisch bestimmen, so wägt man 1 g Substanz in ein Erlenmeyerkölbchen, übergiefst mit wenig Wasser und läfst langsam 25 ccm $^1/_1$ Normal-Salzsäure hinzufliefsen. Als Indikator benutzt man Kochenilletinktur. Nun kocht man einmal kurz auf, läfst erkalten und titriert mit $^1/_1$ Normal-Natronlauge zurück. Die zur Rücktitration verbrauchten Kubikzentimeter Lauge zieht man von den zuerst zugesetzten 25 ccm $^1/_1$ Salzsäure ab und aus der Differenz findet man die gesuchte Kalkmenge. Die Berechnung gründet sich darauf, dafs 20 ccm Normal-Salzsäure genau 1 g reinem kohlensauren Kalk entsprechen; man hat also die verbrauchten Kubikzentimeter Salzsäure nur mit 5 resp. 2,8 zu multiplizieren, um den gesuchten Gehalt des Kalksteines an kohlensaurem Kalk oder Ätzkalk zu erhalten.

Tabelle XIII.

Tabelle für die Gewichte der zu untersuchenden Substanz,[1])

wenn 1 ccm Kohlensäure 1 % kohlensauren Kalk anzeigen soll, bei 720—770 mm Barometerstand und den Temperaturen von 10—25 ° C.

Temperatur nach Grad C.	Millimeter:												
	720	722	724	726	728	730	732	734	736	738	740	742	744
10	0,4033	0,4044	0,4055	0,4067	0,4078	0,4090	0,4101	0,4112	0,4124	0,4135	0,4146	0,4158	0,4170
11	0,4015	0,4026	0,4038	0,4049	0,4060	0,4072	0,4083	0,4094	0,4106	0,4117	0,4128	0,4140	0,4151
12	0,3997	0,4008	0,4020	0,4031	0,4042	0,4054	0,4065	0,4076	0,4087	0,4099	0,4110	0,4121	0,4132
13	0,3979	0,3991	0,4002	0,4013	0,4024	0,4036	0,4047	0,4058	0,4069	0,4080	0,4092	0,4103	0,4114
14	0,3961	0,3973	0,3984	0,3995	0,4006	0,4017	0,4029	0,4040	0,4051	0,4062	0,4074	0,4085	0,4096
15	0,3943	0,3954	0,3965	0,3977	0,3988	0,3999	0,4010	0,4021	0,4032	0,4044	0,4055	0,4066	0,4077
16	0,3925	0,3936	0,3947	0,3958	0,3969	0,3980	0,3992	0,4002	0,4014	0,4025	0,4036	0,4047	0,4058
17	0,3906	0,3918	0,3929	0,3940	0,3951	0,3962	0,3973	0,3984	0,3995	0,4006	0,4017	0,4023	0,4039
18	0,3888	0,3899	0,3910	0,3921	0,3932	0,3943	0,3954	0,3965	0,3976	0,3987	0,3998	0,4009	0,4020
19	0,3869	0,3880	0,3891	0,3902	0,3913	0,3924	0,3935	0,3946	0,3957	0,3968	0,3979	0,3990	0,4001
20	0,3850	0,3861	0,3872	0,3883	0,3894	0,3905	0,3916	0,3927	0,3938	0,3949	0,3960	0,3971	0,3982
21	0,3831	0,3842	0,3853	0,3864	0,3875	0,3886	0,3897	0,3908	0,3919	0,3929	0,3940	0,3951	0,3962
22	0,3812	0,3823	0,3834	0,3844	0,3855	0,3866	0,3877	0,3888	0,3899	0,3910	0,3921	0,3932	0,3943
23	0,3792	0,3803	0,3814	0,3825	0,3836	0,3847	0,3857	0,3868	0,3879	0,3890	0,3901	0,3912	0,3922
24	0,3772	0,3783	0,3794	0,3805	0,3816	0,3826	0,3837	0,3848	0,3859	0,3870	0,3881	0,3891	0,3902
25	0,3752	0,3763	0,3774	0,3785	0,3796	0,3806	0,3817	0,3828	0,3839	0,3850	0,3860	0,3871	0,3882

Noch Tabelle XIII.

Temperatur nach Grad C.	Millimeter:												
	746	748	750	752	754	756	758	760	762	764	766	768	770
10	0,4180	0,4192	0,4203	0,4214	0,4226	0,4237	0,4248	0,4260	0,4271	0,4282	0,4298	0,4305	0,4317
11	0,4162	0,4173	0,4185	0,4196	0,4207	0,4219	0,4230	0,4241	0,4253	0,4264	0,4275	0,4286	0,4298
12	0,4144	0,4155	0,4166	0,4177	0,4189	0,4200	0,4211	0,4222	0,4234	0,4245	0,4256	0,4267	0,4279
13	0,4125	0,4137	0,4148	0,4159	0,4170	0,4182	0,4193	0,4204	0,4215	0,4227	0,4238	0,4249	0,4260
14	0,4107	0,4118	0,4130	0,4141	0,4152	0,4163	0,4175	0,4186	0,4197	0,4208	0,4220	0,4231	0,4241
15	0.4088	0,4099	0,4110	0,4122	0,4133	0,4144	0,4155	0,4166	0,4177	0,4188	0,4200	0,4211	0,4222
16	0,4069	0,4081	0,4092	0,4103	0,4114	0,4125	0,4136	0,4147	0,4158	0,4169	0,4181	0,4192	0,4203
17	0,4050	0,4061	0,4072	0,4083	0,4095	0,4106	0,4117	0,4128	0,4139	0,4150	0,4161	0,4172	0,4183
18	0,4031	0,4042	0,4053	0,4064	0,4075	0,4086	0,4097	0,4108	0,4120	0,4131	0,4142	0,4153	0,4164
19	0,4012	0,4023	0,4034	0,4045	0,4056	0,4067	0,4078	0,4089	0,4100	0,4111	0,4122	0,4133	0,4144
20	0,3993	0,4004	0,4015	0,4025	0,4036	0,4047	0,4058	0,4069	0,4080	0,4091	0,4102	0,4113	0,4124
21	0,3973	0,3984	0,3995	0,4006	0,4017	0,4028	0,4039	0,4050	0,4061	0,4072	0,4082	0,4093	0,4104
22	0,3953	0,3964	0,3975	0,3986	0,3997	0,4008	0,4019	0,4030	0,4041	0,4052	0,4062	0,4073	0,4084
23	0,3933	0,3944	0,3955	0,3966	0,3977	0,3988	0,3998	0,4009	0,4020	0,4031	0,4042	0,4053	0,4064
24	0,3913	0,3924	0,3935	0,3945	0,3956	0,3967	0,3978	0,3989	0,3999	0,4010	0,4021	0,4032	0,4043
25	0,3893	0,3904	0,3914	0,3925	0,3936	0,3947	0,3958	0,3968	0,3979	0,3990	0,4001	0,4012	0,4022

[1]) Lunge, Chemisch-technische Untersuchungen, Berlin 1899, 604, 605.

Sind z. B. 14,3 ccm $^1/_1$ Normal-Salzsäure verbraucht, so berechnet sich der Gehalt an

kohlensaurem Kalk . . . . 14,3 . 5 = 71,5 %,
Ätzkalk (*CaO*) . . . . . . 14,3 . 2,8 = 40,04 %.

---

b) Analyse des Kalksteines.

Bei der genauen Analyse des Kalksteines kommen folgende Bestandteile: Glühverlust (Wasser, Kohlensäure, Bitumen), Silikate (kieselsaure Tonerde, Eisenoxyd), ferner Kalk, Magnesia, Schwefelsäure, sowie die Alkalien in Betracht.

Bestimmung der Feuchtigkeit.

Die Bestimmung der Feuchtigkeit geschieht in der Weise, dafs ca. 10 g der Probe in einem Trockenschälchen oder Wägeglase abgewogen und im Trockenschranke bei 120° bis 125° getrocknet werden.

Glühverlust.

Von der gut getrockneten Substanz wägt man ca. 2 g in einem Platintiegel ab und bestimmt durch Glühen desselben den Glühverlust. Das Glühen mufs im Anfange sehr vorsichtig eingeleitet werden, indem man ganz langsam nach und nach, etwa im Laufe von 15 Minuten die Flamme grofs werden läfst, worauf noch ca. 15 Minuten über voller Flamme erhitzt wird. Nun bringt man den Tiegel über ein gut wirkendes Gebläse und glüht nochmals 30 Minuten lang. Nach dem Verlaufe dieser Zeit kann man ganz sicher sein, dafs auch die letzte Spur Kohlensäure ausgetrieben ist. Nach dem Erkalten im Exsikkator (nach 10—15 Minuten) wägt man. Infolge der grofsen Neigung der gebrannten Kalke, Wasser anzuziehen, ist es nicht ratsam, länger mit dem Wägen zu warten.

Die nach dem Wägen sich ergebende Differenz gibt an: den Gesamtglühverlust = Wasser + Kohlensäure + Bitumen.

Kohlensäure.

Die Bestimmung der Kohlensäure erfolgt am besten entweder vermittelst des Mohr'schen Apparates (Fig. 87) oder mittelst des Geifsler'schen Kohlensäureapparates (Fig. 88). Der erstere Apparat besteht aus einem kleinen Kölbchen *A* von 75 ccm Inhalt. Es ist mit einem doppelt durchbohrten Gummistopfen verschlossen, durch welchen ein Trichterrohr *B* und ein Chlorkalziumröhrchen *C* gehen. Man wägt nun ca. 1 g Substanz in das Kölbchen ein, fügt so viel Wasser hinzu, dafs dieselbe bedeckt ist, füllt in das Trichterrohr 10 ccm Salzsäure und wägt

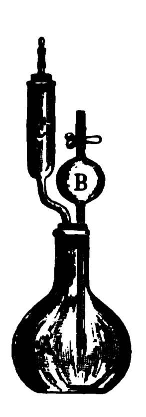




Fig. 87. Fig. 88.
Apparate zur Bestimmung der Kohlensäure
nach Mohr. nach Geifsler.

den ganzen Apparat. Nun läfst man vorsichtig die Salzsäure aus *B* zur Substanz fliefsen, bis letztere völlig zersetzt ist, worauf man den letzten Rest der Kohlensäure durch gelindes Erwärmen des Apparates auf dem 70° warmen Wasserbade austreibt. Hiernach läfst man erkalten und wägt noch einmal. Die Differenz beider Wägungen gibt das Gewicht der entwichenen Kohlensäure an, welches dann auf Prozente umzurechnen ist.

Der in Fig. 88 abgebildete Geifsler'sche Apparat beruht auf denselben Prinzipien. Der doppelt tubulierte Kolben *A* trägt das Trichterrohr *B*, welches durch das bei *e* eingeschliffene Glasrohr *d* verschlossen ist. *C* ist zur Aufnahme von konzentrierter Schwefelsäure bestimmt, welche alle etwa von der Kohlensäure mitgerissene Feuchtigkeit zurückhalten soll. Die Benutzung des Apparates ist ebenso wie bei dem Mohr'schen

Apparate, nur dafs man hier die Salzsäure durch Lüften des Glasrohres *d* nach *A* einfliefsen läfst. Selbstverständlich kann man zu dieser Bestimmung jeden beliebigen Apparat zur Kohlensäurebestimmung benutzen.

Unzersetztes (Sand und Ton).

Zur weiteren Untersuchung wird der im Platintiegel bei der Bestimmung des Glühverlustes verbliebene Rückstand benutzt, welchen man verlustlos in eine Porzellanschale bringt, mit Wasser begiefst und 100 ccm reine Salzsäure hinzufügt. Um ein Verspritzen zu vermeiden, bedeckt man die etwa 500 ccm fassende Schale mit einem grofsen Uhrglase. Der Inhalt der Schale wird zum Kochen erhitzt, einige Minuten im Kochen erhalten und dann durch ein kleines quantitatives Filter filtriert, welches nach völligem Auswaschen im Platintiegel verascht und geglüht wird. Das Mehrgewicht des Platintiegels ist die vorhandene Sand- und Tonmenge, welche auf Prozente Kalkstein umgerechnet wird.

Das Filtrat mitsamt den Waschwässern wird in einem Literkolben aufgefangen, nach Abkühlung auf Normaltemperatur bis zur Litermarke mit Wasser verdünnt und gehörig durchgemischt. Die so verdünnte Lösung dient für die weiteren Bestimmungen.

Eisenoxyd und Tonerde.

200 ccm der Lösung werden in einem Becherglase bis fast zum Sieden erhitzt, worauf man Ammoniak bis zur schwach alkalischen Reaktion hinzufügt. Hierdurch scheiden sich das Eisenoxyd und die Tonerde als Hydrate in groben Flocken aus. Ist das Eisen als Oxydul vorhanden, so entsteht anstatt des rotbraunen ein graugrünlicher Niederschlag. Dies vermeidet man dadurch, dafs man zu der Lösung vor dem Erwärmen noch einige Kubikzentimeter Salzsäure und einige Körnchen Kaliumchlorat hinzusetzt; hierdurch wird das Oxydul in Oxyd übergeführt, indem das frei werdende Chlor oxydierend auf das Oxydul einwirkt.

Um das freie Ammoniak auszutreiben, wird die Flüssigkeit noch einige Zeit im Sieden erhalten, bis der Ammoniakgeruch verschwunden ist, worauf man schnell durch ein quantitatives Filter filtriert. Der Niederschlag wird heifs ausgewaschen, geglüht und gewogen. Er gibt den Gehalt von Eisenoxyd und Tonerde direkt an. Bei der Berechnung der Analyse ist die stattgehabte Verdünnung in Betracht zu ziehen. Waren

z. B. bei der Bestimmung des Glühverlustes 10 g abgewogen, so enthielt die zum Liter aufgefüllte Flüssigkeit (Filtrat vom Unzersetzten) 10 g Substanz; 200 ccm entsprechen also 2 g Substanz. Durch Multiplikation mit 50 wäre also der Gehalt an Eisenoxyd und Tonerde sofort in Prozenten angegeben.

Bei der Filtration ist noch zu beachten, dafs dieselbe möglichst schnell vor sich gehen mufs, da auf diese Weise einer Anziehung von Kohlensäure aus der Luft vorgebeugt wird. Im entgegengesetzten Falle kann der Niederschlag leicht durch neu entstehendes kohlensaures Kalzium verunreinigt werden.

Beim Auswaschen des Filtrums ist darauf zu achten, dafs jede Spur von Chlorammonium beseitigt ist; man erkennt dies durch die Prüfung mit Silbernitratlösung. Die letztere Lösung mufs stets mit ca. 3 Prozent Salpetersäure versetzt werden, um etwa vorhandenes Ammoniak abzustumpfen.

Das Filtrat wird in einem 500 ccm-Kolben aufgefangen, mit den Waschwässern vereinigt, abgekühlt, zur Marke aufgefüllt und nach gutem Durchschütteln zur Bestimmung des Kalkes und der Magnesia benutzt.

Kalk.

Die 500 ccm werden in einem Becherglase von etwa 1000 ccm zum Kochen erhitzt, nachdem sie vorher wieder mit Salzsäure angesäuert worden waren. Das Ansäuern ist aus dem Grunde erforderlich, um zu verhindern, dafs sich in der ammoniakalischen Lösung kohlensaurer Kalk ausscheidet, welcher gern durch das Filter geht. Den Kalk fällt man während des Kochens der Flüssigkeit durch Zusatz von *fester* Oxalsäure.

Hierbei berechnet man folgendes: Die zweibasische Oxalsäure, $C_2O_4H_2 + 2\,H_2O$, bindet ein Äquivalent des zweiwertigen Kalziums. Dies geht nach folgender Formel vor sich:

$$C_2O_4H_2 + 2H_2O + CaO = C_2O_4Ca + 3H_2O.$$

Da das Molekulargewicht der Oxalsäure = 126, das des Kalkes = 56 ist, so sind zur Ausfällung von 56 Gewichtsteilen Kalk 126 Gewichtsteile Oxalsäure erforderlich, d. h. auf 1 Teil Kalziumoxyd ungefähr 2,25 Teile Oxalsäure. Berücksichtigt man den erforderlichen Überschufs des Fällungsmittels, so wird man auf 1 Teil Kalziumoxyd 3 Teile Oxalsäure nehmen müssen. Hierbei ist noch zu beachten, dafs bei Gegenwart von Magnesia der oxalsaure Kalk etwas in Chlormagnesiumlösung löslich ist, dafs also auch sämtliche Magnesia in oxalsaure Magnesia übergeführt werden mufs.

Wieviel Kalk und Magnesia im Kalkstein vorhanden ist, kann man bei der Vorprüfung mittelst des Kalzimeters leicht annähernd ermitteln, so dafs man die zur Fällung erforderliche Oxalsäure ziemlich genau berechnen kann. Bei der Fällung darf die ganze Menge der Oxalsäure nicht auf einmal hinzugegeben werden, da sonst leicht ein Überschäumen eintreten kann. Man führt die Fällung am besten so aus, dafs man immer nur einzelne Kristalle in das Becherglas gibt und mit dem Glasstabe umrührt.

Sowie die genügende Menge Oxalsäure zugegeben ist, setzt man einen Überschufs von Ammoniak hinzu und läfst dann, am besten in der Wärme, über Nacht stehen.

Arbeitet man unter den hier angegebenen Vorsichtsmafsregeln, so wird es selten vorkommen, dafs der oxalsaure Kalk durch das Filter läuft.

Nach mindestens sechsstündigem Stehen filtriert man den oxalsauren Kalk ab und wäscht den Niederschlag mit kaltem Wasser aus, bringt das Filter noch feucht in einen gewogenen Platintiegel und verbrennt vorsichtig. Darauf glüht man noch eine halbe Stunde über dem Gebläse und wägt dann nach dem Erhalten den Kalk als Kalziumoxyd, CaO.

Bei der Berechnung ist wiederum zu berücksichtigen, dafs in den 500 ccm 2 g Substanz vorhanden waren, dafs also das Resultat mit 50 zu multiplizieren ist.

Magnesia.

In dem Filtrat von der Kalkbestimmung wird die Menge der vorhandenen Magnesia ermittelt. Zu diesem Zwecke säuert man mit etwas Salzsäure an, um die Ausscheidung von Magnesiasalzen zu verhindern, und dampft auf ein kleineres Volumen, etwa 250 ccm, ein. Die eingeengte Lösung bringt man verlustlos in ein etwa 600 ccm fassendes Becherglas, läfst sie daselbst vollständig erkalten und fügt dann $^1/_5$ ihres Volumens Ammoniak hinzu. Die Magnesia wird darauf durch Zusatz von phosphorsaurem Natron als pyrophosphorsaure Ammoniakmagnesia ausgefällt. Hierzu sind ungefähr 12 Stunden erforderlich. Der Niederschlag wird durch ein quantitatives Filter filtriert und gründlich mit verdünntem Ammoniakwasser ausgewaschen. Die Beendigung des Auswaschens erkennt man daran, dafs auf Zusatz von Silbernitrat (Salpetersäure angesäuert, siehe S. 325) eben noch ein sichtbares weifslich-bläuliches Opalisieren eintritt. Ist das Filtrum oberflächlich getrocknet, so nimmt man es behutsam aus dem Trichter und verbrennt es in einem kleinen gewogenen Porzellantiegel. Der Glührückstand, bestehend aus pyrophosphorsaurer Magnesia, wird auf Magnesia umgerechnet und mit 50 multipliziert. Faktor siehe Anhang.

Schwefelsäure.

Von dem erhaltenen, zu 1 l verdünnten Filtrat werden 500 ccm zur Bestimmung der Schwefelsäure verwendet. Die Flüssigkeit wird zum Kochen erhitzt, mit etwas Salzsäure angesäuert und die Schwefelsäure durch kochende Chlorbaryumlösung ausgefällt. Bei geringen Mengen bildet sich der Niederschlag erst nach einigen Stunden. Nach 24 Stunden wird filtriert und das Filtrat bei stärkerem Niederschlage mit warmem, und bei geringerem Niederschlage mit kaltem Wasser ausgewaschen. Da der schwefelsaure Baryt sehr leicht durch das Filter geht, so empfiehlt sich die Anwendung eines dichten Filtrierpapieres. Wenn auch die Filtration bei Benutzung derartiger Filtrierpapiere nur sehr langsam vor sich geht, so ist dies doch immer einem fortwährenden Durchgehen des Niederschlages vorzuziehen. Sehr zu empfehlen ist das von Schleicher & Schüll in Düren gelieferte Papier No. 589, Blauband. Ist man genötigt, mit anderem Papier zu arbeiten, so betupft man dasselbe vor der Filtration mit Ammoniumazetatlösung.

Ist im Kalkstein Schwefelkies vorhanden, so kann der Kalkstein nur in ungeglühtem Zustande zur Schwefelsäurebestimmung verwendet werden. Man verwendet in diesem Falle etwas von dem bei 120—125° C. getrocknetem Material; 2 g desselben werden in eine geräumige Porzellanschale eingewogen und sofort mit Bromwasser übergossen. Hierauf läfst man nach und nach 30 ccm Salzsäure zur Zersetzung der Substanz einfliefsen, wobei der sich entwickelnde Schwefelwasserstoff oxydiert wird. Nach Schoch ist die auf diese Weise bewirkte Oxydation eine durchaus vollständige und es ist keinerlei Verlust zu befürchten.

Ist die Substanz völlig zersetzt, so filtriert man das Unlösliche ab, wäscht gut aus und bestimmt im Filtrate die Gesamtmenge an Schwefelsäure in der oben angegebenen Weise.

Soll neben der Schwefelsäure auch der Schwefel für sich bestimmt werden, so führt man zwei Bestimmungen nebeneinander aus, von denen die eine ohne, die andere mit Anwendung von Bromwasser angestellt wird. Zunächst berechnet man die Gesamtschwefelsäure, subtrahiert hiervon die direkt bestimmte Schwefelsäure und findet aus der Differenz den Schwefelgehalt. Faktoren siehe Anhang.

Alkalien.

Da die Menge der Alkalien zweckmäfsig im gebrannten Kalk ausgeführt wird, so soll die Art und Weise der Bestimmung erst daselbst beschrieben werden (siehe S. 334).

c) Gebrannter Kalk, Ätzkalk, Scheidekalk.

Der Brennprozefs, vermittelst welchem der Kalkstein in gebrannten Kalk übergeführt wird, ist theoretisch aufserordentlich einfach. In der Praxis entstehen aber oftmals nicht unerhebliche Schwierigkeiten. Die Arbeit konzentriert sich zunächst auf das Brennen des Kalkes, welcher Prozefs zwischen 700—1300° C. stattfindet.[1]) Das Entweichen der Kohlensäure beginnt schon bereits bei etwas über 400° C. Der Kalkstein brennt sich um so schwerer, je dichter und reiner derselbe ist; er gibt aber einen besseren, d. h. sich leichter und reichlicher löschenden Kalk. Für Rohzuckerfabriken kommt eine Versendung des fertigen Kalkes wohl kaum in Betracht, da hier der Kalk, so wie er vom Ofen kommt, verbraucht wird; für Raffinerien dagegen, welche nicht über einen Kalkofen verfügen, ist es von Wichtigkeit, zu wissen, wie lange Zeit ein Kalk braucht, um sich durch freiwillige Aufnahme von Feuchtigkeit und Wasser selbst abzulöschen und zu zerfallen. Je längere Zeit ein Kalk dazu braucht, um so längeren Transport erträgt die Ware. Die Länge dieser freiwilligen Ablöschzeit nennt man „Stehvermögen".

Die chemische Analyse des gebrannten Kalkes ist nun eigentlich durch eine Analyse des rohen Kalksteines erledigt und kann die Zusammensetzung des Ätzkalkes aus letzterer mit genügender Sicherheit berechnet werden. Da der Scheidekalk sich fortwährend durch die Anziehung von Kohlensäure und Feuchtigkeit in seiner Zusammensetzung ändert und die Analyse des Kalksteines viel einfacher ist, sowie die Beschaffenheit richtiger Durchschnittsmuster viel leichter ist, so kann die Berechnung einer direkten Analyse gern vorgezogen werden. Die Berechnung erfolgt einfach aus dem Ansatze, dafs 100 Teile Kalkstein so viel Teile gebrannten Kalk ergeben, als nach Abzug der Kohlensäure vom Gesamtgewichte des untersuchten trockenen Kalksteines verbleibt.

Ist man jedoch gezwungen, die Analyse mit gebranntem Kalk auszuführen, so verfährt man genau in derselben Weise, wie in dem Abschnitt „Kalkstein" angegeben wurde.

Da gebrannter Kalk aufserordentlich schnell an der Luft Wasser und Kohlensäure anzieht, so erfolgt die Probenahme am zweckmäfsigsten am Ofen selbst. Die gezogenen Proben müssen sofort luftdicht in Flaschen verschlossen werden. Kleinere Stücke sind nicht mit in die Probe zu

---

[1]) Ausführliches hierüber siehe Herzfeld, Vereinszeitschrift 1897, 220. I, 204, 747, 913, 914; W. Herzfeld, ebenda 1897, 220, 218; Martini, ebenda 223; Claafsen, ebenda 218.

nehmen, sondern man nimmt am besten die Proben aus der Mitte gröfserer Stücke, welche zu diesem Zwecke zu zerschlagen sind.

Werden die Flaschen nicht gut verschlossen oder war eine Probenahme beim Ofen nicht angängig, so enthält der Kalk aus oben angeführten Gründen Wasser in chemisch gebundener Form, als Hydratwasser; ebenso wird schlecht gebrannter oder lange gelagerter Kalk wieder Kohlensäure angezogen haben, weshalb diese beiden Körper neu bestimmt werden müssen.

Besprengt man gebrannten Kalk mit Wasser, so nimmt das Kalziumoxyd unter starker Wärmeentwickelung Wasser auf, es verbindet sich mit demselben zu Kalziumhydroxyd oder Kalziumoxydhydrat. Diesen Vorgang nennt man das „Löschen“ des Kalkes. Giefst man reichliche Mengen Wasser auf Kalkoxyd, so löscht sich der Kalk unter heftigem Aufkochen zu Kalkbrei ab, welcher das Hydrat des Kalkes in sehr feiner Verteilung suspendiert enthält. Man unterscheidet zwischen „fettem“ und „magerem“ Kalk. Ersterer ist reinerer, letzterer unreinerer Kalk; der erstere wird beim Löschen ein gröfseres Volumen geben als der letztere. Früher rechnete man auf 1 cbm Kalk bei Fettkalk auf etwa 2,7 cbm, bei Magerkalk auf etwa 1,8 cbm steifen Kalkbrei. Für das Auge als auch für das Gefühl ist der Unterschied zwischen den beiden Arten recht wohl zu erkennen; während der Fettkalk bei reinweifsem Aussehen sich fettig anfühlt, geschmeidig und unfühlbar zwischen den Fingern ist, sieht der magere Kalk grau aus und zeigt bei dem Anfühlen Körnchen und Sand sowie unabgelöschte Teilchen.

Wird Kalkbrei noch weiter mit Wasser verdünnt, so erhält man Kalkmilch.

Die Löslichkeit des Kalkhydroxydes in Wasser ist gering. Nach A. Lamy ist dieselbe bei steigenden Temperaturen folgende:

Temperatur Grad	Prozent CaO aus Hydrat
0	0,1430
10	0,1384
15	0,1344
30	0,1195
45	0,1033
60	0,0885
100	0,0584

Ist ein Kalk zu schwach oder nur unvollständig gebrannt, so löscht er sich nur zum Teil ab; es verbleiben Stücke von kohlensaurem Kalzium, welches man sehr leicht durch Begiefsen mit Salzsäure erkennen kann. Ist ein Kalk aber dagegen zu stark gebrannt, so löscht er sich nicht mehr ab, er ist „totgebrannt“. Es wird diese Erscheinung im allgemeinen auf

schmelzbare Verunreinigungen, besonders Kieselsäure, zurückgeführt. Nach Herzfeld[1]) wird aber auch reiner kieselsäurefreier Kalk schon gegen 1650° durch Zusammensintern porzellanartig und damit gegen Luft und Wasser ziemlich widerstandsfähig. (Siehe hierzu Herzfeld's schon oben zitierte Arbeiten.)

1. Scheidekalk.

Hydratwasser und Kohlensäure.

Einige Gramm der gepulverten Substanz werden in einem gewogenen Platintiegel 10—15 Minuten lang geglüht, im Exsikkator erkalten gelassen und gewogen. Die Gewichtsdifferenz gibt das aufgenommene Hydratwasser sowie die ebenfalls neu aufgenommene Kohlensäure an. Um sich zu vergewissern, ob Kohlensäure wirklich vorhanden ist, übergiefst man etwas von der Substanz mit Salzsäure. Ein Aufbrausen zeigt die Gegenwart der Kohlensäure an. In diesem Falle mufs die Kohlensäure für sich durch Austreiben (S. 323) oder titrimetrisch bestimmt werden und ihr Gewicht von dem Resultat der Hydratwasserbestimmung abgezogen werden.

Beim Glühen des Kalkpulvers ist der Platintiegel bedeckt zu halten, damit ersteres keine Kohlensäure aus den Verbrennungsgasen der Flamme aufnehmen kann.

Das Resultat der Wägung wird auf Prozente umgerechnet.

Kieselsäure und Sand.

Die Bestimmung wird in genau derselben Weise, wie auf S. 324 angegeben, ausgeführt. Man löst 5 g Substanz in Salzsäure, dampft die Lösung zur Trockne ein, um die Kieselsäure, welche durch den Brennprozefs löslich wurde, wieder in unlöslichen Zustand überzuführen, trocknet dann einige Zeit bei 110° C. im Trockenschranke, durchfeuchtet mit Salzsäure, verdünnt nach einigen Minuten mit Wasser und filtriert durch ein quantitatives Filter. Das gut ausgewaschene Filtrat wird im Platintiegel verascht, geglüht und gewogen. Das Mehrgewicht gibt die Menge der Kieselsäure + Sand an.

---

[1]) A. a. O.

Eisenoxyd und Tonerde.

Das Filtrat von 2 (inkl. Waschwässern) wird in einem 250 ccm-Kolben aufgefangen und zur Marke aufgefüllt. Nach gutem Durchschütteln wird Eisen und Aluminium in 100 ccm in genau derselben Weise, wie auf S. 324 angegeben wurde, bestimmt. Bei der Berechnung auf Prozente ist die Verdünnung zu berücksichtigen. Das Filtrat sammelt man wiederum in einem 250 ccm-Kolben, welchen man mit Wasser bis zur Marke auffüllt, und benutzt die so erhaltene verdünnte Lösung zur gewichtsanalytischen Kalkbestimmung.

Kalk.

Die gewichtsanalytische Kalkbestimmung durch Fällung mit oxalsaurem Ammon wird in 25 ccm = 0,2 g ursprünglicher Substanz des bei 2 erhaltenen Filtrates ausgeführt. Da die Bestimmung in genau derselben Weise wie beim Kalkstein ausgeführt wird (siehe S. 325), so sei hier darauf verwiesen.

1. Titrimetrische Bestimmung des freien CaO.

100 g eines möglichst gut gezogenen Durchschnittsmusters des Ätzkalkes werden abgewogen, sorgfältig abgelöscht und der Brei in einen Halbliterkolben gebracht. Man füllt zur Marke auf, pipettiert unter Umschütteln 100 ccm heraus, läfst diese in einen Halbliterkolben fliefsen, füllt zur Marke auf und nimmt von dem gut gemischten Inhalte 25 ccm (= 1 g Ätzkalk) zur Untersuchung. Man setzt hierzu ein wenig einer alkoholischen Lösung von Phenolphtaleïn und titriert mit Normal-Salzsäure, bis die Rosafarbe verschwunden ist. Dies tritt dann ein, wenn aller freier Kalk gesättigt ist, der kohlensaure Kalk aber noch nicht angegriffen ist. Ein jeder Kubikzentimeter der Normal-Salzsäure entspricht 0,028 g CaO. Diese Operation mufs langsam und unter gutem Umschütteln vorgenommen werden; sie gibt dann, aber nur in diesem Falle, sehr genaue Resultate.

2. Titrimetrische Bestimmung des Gesamtkalkes.

Auf einem Tarierblech wägt man 2,8 g Kalk (das Äquivalentgewicht des Kalziumoxydes = 28,0) ab, bringt es verlustlos in eine geräumige Porzellanschale, gibt sofort 150 ccm Wasser und darauf 100 ccm Normal-Salzsäure (Schwefelsäure ist des ausfallenden Gipses wegen nicht verwendbar!) hinzu und erhitzt bis zu lebhaftem Kochen. Nach einigem Sieden läfst man erkalten und titriert mit Normalnatronlauge unter Anwendung

von Phenolphtaleïn als Indikator. Da nun ein jeder Kubikzentimeter der Normal-Salzsäure sowie auch der Normallauge 0,028 g chemisch reinem *CaO* entspricht, so gibt die Differenz der hinzugefügten Kubikzentimeter Salzsäure minus den verbrauchten Kubikzentimetern Normallauge direkt den Gehalt an vorhandenem chemisch reinen Kalk an.

Sind z. B. 18,7 ccm Normallauge verbraucht worden, so enthält der Kalk

$$100 - 18{,}7 = 81{,}3\ \%\ \text{Kalziumoxyd.}$$

In dieser Zahl sind natürlich alle etwa vorhandenen Mengen Alkali sowie auch Magnesia mit einbegriffen und beeinflussen dieselben daher das Resultat.

3. Prüfung des Kalkes nach Herzfeld.[1])

Dieses einfache und zweckmäfsige Verfahren gestattet mit grofser Leichtigkeit, wenn auch nur oberflächlich, die Brauchbarkeit des Kalkes zu prüfen. Das Verfahren beruht darauf, dafs man zunächst das Unlösliche beseitigt, was ja durch Lösung in Salzsäure rasch geschieht, und dann einfach die salzsaure Lösung mit Kalilauge zurücktitriert. Man bereitet sich 2 gleiche Lösungen des Kalksteines mit je 1 g Ätzkalk (Herstellung wie oben angegeben), titriert die reine Lösung mit Methylorange und das zweite Mal mit Phenolphtaleïn als Indikator; bei Phenolphtaleïn findet man auf diese Weise nur den Ätzkalk und die vorhandene, meist geringe Menge Magnesia. Wendet man hingegen Methylorange an, so findet man neben diesen Basen auch Eisenoxyd und Tonerde, also bedeutend höhere Werte für die Gesamtalkalität in Kalk ausgedrückt. Je gröfser die Differenzen zwischen den beiden Alkalitätszahlen mit Methylorange und Phenolphtaleïn für denselben Kalkstein sind, desto unreiner ist derselbe; fallen beide Zahlen ganz oder nahezu gleich aus, so ist dies hingegen ein Zeichen, dafs der gebrannte Kalkstein wenig oder kein lösliches Eisen und Tonerde enthält. Bei reinen Kalksteinen wurde z. B. gefunden: 1. 99,99, 2. 99,98, bei unreinen 1. 99,93, 2. 97,94, also recht erhebliche Differenzen.

Magnesia.

Zur Bestimmung der Magnesia mifst man von dem bei 3 erhaltenen verdünnten Filtrat 200 ccm ab und fällt in demselben die Magnesia als phosphorsaure Ammoniak-Magnesia bei Gegenwart von viel Chlorammonium

---

[1]) Vereinszeitschrift 1896, 501: „Über das Kalkmaterial der deutschen Zuckerfabriken".



und konzentriertem freien Ammoniak aus (siehe S. 326). Das oberflächlich getrocknete Filtrum wird im gewogenen Platintiegel verbrannt und geglüht und die Magnesia als pyrophosphorsaure Magnesia gewogen. Das Mehrgewicht wird auf Magnesiumoxyd und Prozentgehalt umgerechnet, wobei die Verdünnung zu berücksichtigen ist. In diesem Falle hat man 1,6 g ursprüngliche Substanz verwendet. Faktor siehe Anhang.

Nach Herzfeld[1]) und Förster arbeitet man zur Bestimmung der Magnesia bei der Kalksteinanalyse folgendermafsen:

a) *Qualitative Bestimmung der Magnesia.* Etwa 0,5 g des gebrannten Kalksteines werden in einer kleinen Porzellanschale in konzentrierter Salzsäure gelöst, darauf zur Kieselsäureabscheidung unter Umschwenken über freier Flamme zur Trockne verdampft, mit einigen Tropfen Salzsäure aufgenommen, mit Wasser auf ca. 10 ccm verdünnt, unter Zusatz einiger Tropfen Salpetersäure aufgekocht und darauf so viel präzipitierter kohlensaurer Kalk zugegeben, dafs etwa eine Messerspitze davon ungelöst bleibt. Darauf wird aufgekocht, in ein Reagenzglas filtriert, klares Kalkwasser zum Filtrat gegeben, bis das Gläschen nahezu angefüllt ist, mit einem Kautschukstopfen verschlossen und durchgeschüttelt. Ist viel Magnesia vorhanden, so stellt sich sofort, bei Anwesenheit geringer Mengen nach einigen Minuten ein Niederschlag ein.

b) *Quantitative Methode der Magnesiabestimmung im Kalkstein.* Es wird eine abgewogene Menge Substanz verwendet und zunächst wie bei der qualitativen Methode verfahren. Das Filtrat von Eisenoxyd und Tonerde versetzt man in einem passenden Gefäfs mit Kalkwasser. Man füllt das Gefäfs bis an den Rand und verschliefst es gleichfalls dicht, schüttelt um, filtriert nach einiger Zeit den Niederschlag ab oder läfst ihn sich absetzen, dekantiert und wäscht einmal mit Wasser durch Dekantieren nach, löst den Niederschlag in wenig Salzsäure, neutralisiert, fällt Spuren von Kalk als Oxalat und im Filtrat in bekannter Weise die Magnesia, um sie alsdann als Pyrophosphat zu wägen. Faktor siehe Anhang.

Schwefelsäure.

Die Schwefelsäure wird in 100 ccm des bei Kieselsäure und Sand erhaltenen verdünnten Filtrates in üblicher Weise durch Fällen mit kochender

---

[1]) Vereinszeitschrift 1896, 288.

Baryumchloridlösung als schwefelsaurer Baryt erhalten und als solcher gewogen. Im übrigen verfährt man genau, wie auf S. 327 angegeben wurde.

Alkalien.

Da die Alkalien im Kalkstein in Form von Silikaten vorhanden sind, so müssen dieselben erst durch den Prozefs des Brennens aufgeschlossen werden. Es entstehen hierbei Ätz-Alkalien und Kieselsäure. Die Alkalien werden als Chloralkalien bestimmt. Da im Kalkstein kaum Natriumsilikate vorkommen, so begeht man keinen oder einen nur unwesentlichen Fehler, wenn man die Gesamtmenge derselben als Kali angibt.

Die Bestimmung der Alkalien erfolgt nun folgendermafsen: Von einer guten Durchschnittsprobe des Kalkes werden 150 g in Stücke geschlagen und in einer geräumigen Flasche mit 1500 ccm Wasser übergossen. Man läfst unter öfterem Umschütteln so lange stehen, bis sich aller Kalk gelöscht und im Wasser fein zerteilt hat, kühlt ab, filtriert durch ein grofses trockenes Faltenfilter und mifst von dem klaren Filtrate 1000 ccm ab, welche man zur Analyse verwendet.

In dem Filtrate, welches aufser den Alkalien auch noch Ätzkalk gelöst enthält, fällt man letzteren durch Einleiten von Kohlensäure in die heifse Flüssigkeit als Kalziumkarbonat, worauf man dasselbe abfiltriert und das Filtrat in einer Porzellanschale unter Zusatz von etwas Salzsäure zur Trockne eindampft. Der Rückstand wird in wenig Wasser aufgenommen, mit einigen Tropfen einer Lösung von oxalsaurem Ammon zur Ausfällung der letzten Spuren Kalk versetzt, worauf durch ein kleines Filter in einen vorher gewogenen Porzellantiegel filtriert wird. In diesem wird das Filtrat zur Trockne verdampft, schwach geglüht und nach dem Erkalten im Exsikkator gewogen. Das Mehrgewicht gibt den Kaligehalt in Prozenten Chlorkalium an, woraus dann das Kali berechnet werden kann. Faktor siehe Anhang.

2. Kalkmilch.

Bestimmung des Gehaltes der Kalkmilch an Ätzkalk auf aräometrischem Wege nach Blattner.[1])

Nach Blattner bestimmt man das Volumgewicht der Kalkmilch mittelst des Aräometers folgendermafsen: Man senkt das Aräometer in die

[1]) Dingler's Polytechn. Journal 250, 464.

in einem nicht zu engen Zylinder befindliche Kalkmilch und beginnt den Zylinder langsam auf dem Tische zu drehen, so dafs er fortwährend schwache Erschütterungen erleidet. Sobald das Aräometer nicht mehr sinkt, liest man ab. Man kann so mittelst einer in Zehntelgrade geteilten Spindel das spezifische Gewicht bis auf 0,1 bis 0,3° Bé. dem durch direkte Wägung gefundenen annähern. Bringt man einfach das Aräometer in die dicke Kalkmilch, so bleibt es stecken, wo man will, und man kann ebensowohl 23° als 30° ablesen. Bei dünner Kalkmilch ist die gleiche Behandlung nicht notwendig, vielmehr ist schnell abzulesen, weil sonst wegen des Absetzens des Kalkes ein zu niedriger Grad gefunden wird.

Tabelle XIV.

Gehalt der Kalkmilch an Ätzkalk (Temperatur 15° C.) nach Blattner.

Grade Beaumé	Raumprozente *CaO*	Gewichtsprozente *CaO*	Spezifisches Gewicht	Grade Beaumé	Raumprozente *CaO*	Gewichtsprozente *CaO*	Spezifisches Gewicht
1	0,75	0,74	1,007	16	15,90	14,13	1,125
2	1,65	1,64	1,014	17	17,00	15,00	1,134
3	2,60	2,54	1,022	18	18,10	15,85	1,142
4	3,60	3,50	1,029	19	19,30	16,75	1,152
5	4,60	4,43	1,037	20	20,60	17,72	1,162
6	5,60	5,36	1,045	21	21,80	18,61	1,171
7	6,50	6,18	1,052	22	22,90	19,40	1,180
8	7,50	7,08	1,060	23	24,20	20,34	1,190
9	8,40	7,87	1,067	24	25,50	21,25	1,200
10	9,40	8,74	1,075	25	26,80	22,15	1,210
11	10,40	9,60	1,083	26	28,10	23,03	1,220
12	11,50	10,54	1,091	27	29,50	23,96	1,231
13	12,60	11,45	1,100	28	30,90	24,90	1,241
14	13,70	12,35	1,108	29	32,40	25,87	1,252
15	14,80	13,26	1,116	30	33,90	26,84	1,263

Apparat zur Kontrolle des Kalkofenbetriebes von Stiepel.[1])

Der Wert eines gebrannten Kalkes für die Scheidung der Diffusionssäfte in den Zuckerfabriken richtet sich ausschliefslich nach seinem Gehalt an ablöschbarem Kalk; unter den Verunreinigungen kommt namentlich Kieselsäure in Betracht, welche nicht löschbares Kalksilikat bildet, nament-

[1]) Vereinszeitschrift 1901, 897.

lich wenn die Kieselsäure fein verteilt im Kalkstein ist. Grobe Quarzadern werden beim Brennen von Kalksteinen weit weniger nachteilig wirken als die gleiche Menge Kieselsäure, welche gleichmäfsig im Kalkstein verteilt ist.

Wenngleich nun, namentlich auch in Hinsicht auf einen Kali- und Magnesiagehalt, eine Analyse des Kalksteins darüber Aufschlufs gibt, ob derselbe überhaupt für die Zwecke der Zuckerfabrikation verwendbar ist, so läfst sich aus derselben nicht ohne weiteres sehen, welcher Anteil des vorhandenen Kalkes im gebrannten Kalk wirklich als Kalziumoxyd bei der Scheidung ausnutzbar ist und wieviel durch die Beimengungen bei dem Brennprozefs durch Silikatbildung verloren geht. Es ist dies eine Zahl, deren stetige rasche Erkenntnis zweifellos zur Bemessung der für die Scheidung zu verwendenden Menge Kalk von grofser Bedeutung ist.

Obschon die chemische Zusammensetzung der einzelnen Kalklager im allgemeinen keine wesentlich schwankende ist, so wird es doch nicht möglich sein, die Menge des ablöschbaren Kalkes im gebrannten Kalkstein ein für allemal zu ermitteln, da, wie schon vorhin hervorgehoben, die Einwirkung der Kieselsäure auf den Kalk von der Brenntemperatur und Brenndauer abhängt. Zudem kann auch das verwendete Brennmaterial mehr oder weniger nachteilig wirken. Endlich kann der Betrieb des Kalkofens auch aus verschiedenen Gründen ein fehlerhafter sein und deshalb auch für die Zuckerfabriken ein schlecht ablöschbarer gebrannter Kalk produziert werden.

Hier können nur oft wiederholte Untersuchungen während des Betriebes Abhilfe schaffen, welche bisher wegen Mangelhaftigkeit der vorhandenen Methoden jedoch nicht ausgeführt werden konnten.

Der in den nachfolgenden Zeilen beschriebene Apparat — ein Kalorimeter — ist dazu bestimmt, die Lücke auszufüllen, und es läfst sich mit ihm leicht und schnell in einem gebrannten Kalk die Menge des ablöschbaren Kalkes mit genügender Sicherheit bestimmen.

1. Theoretisches Prinzip des Kalorimeters.

Die Umsetzung des Ätzkalkes mit Wasser verläuft im Sinne der Gleichung:

$$CaO + H_2O = Ca(OH)_2 + 15\,500 \text{ kal.}$$

Löscht man daher Ätzkalk mit einer überschüssigen Menge Wasser, so wird die freiwerdende Wärmemenge an dieses übertragen und ist dadurch eine Temperaturerhöhung des Wassers wahrzunehmen.

Nimmt man das Ablöschen beliebiger Mengen reinen Kalziumoxydes in einer bestimmten Menge Wasser unter stets gleichen Bedingungen vor, so kann man aus den ermittelten Temperaturerhöhungen die Verhältniszahlen berechnen, in welchen bei verschiedenen Ablöschungen die verwendeten Quantitäten Kalziumoxyd zueinander gestanden haben.

Da die Versuchsbedingungen die gleichen waren, so bedarf es keiner Anbringung einer Korrektur bezüglich des kalorimetrischen Wertes.

Verwendet man auf der anderen Seite sowohl eine stets gleiche Menge Wasser wie auch gleiche Mengen eines gebrannten Kalksteins, der also nicht mehr reines Kalziumoxyd ist, so ersieht man aus der sich gegenüber der beim Ablöschen des gleichen Quantums reinen Kalziumoxyds ergebenden Temperaturdifferenz, wieviel reines Kalziumoxyd in dem gebrannten Kalkstein abgelöscht worden ist.

Streng genommen wäre, was hier nicht unerwähnt bleiben soll, eine kleine Korrektur anzubringen, da die spezifische Wärme des Kalziumhydroxyds und die spezifische Wärme z. B. der Silikate etc. nicht die gleiche ist; jedoch sind die Differenzen nicht grofse, da z. B. die spezifische Wärme

des Kalkhydrates	0,323[1])
„ Silikates	0,200
„ Quarzes	0,318

ist und die spezifische Wärme dieser Verbindungen gegenüber Wasser verhältnismäfsig klein ist.

Verwendet man zuletzt nicht mehr ein Thermometer mit einer Einteilung in Grade Celsius, sondern ein solches, bei welchem unter bestimmten, stets in gleicher Weise innegehaltenen Versuchsbedingungen der Abstand zweier Teilstriche der Temperaturerhöhung entspricht, welche 1 Prozent Kalziumoxyd hervorruft, so ist man in der Lage, an diesem Thermometer sogleich die Prozente ablöschbaren Kalkes abzulesen, welche ein beliebiger Kalkstein enthält.

Die Konstruktion des Kalorimeters ergibt sich hiernach wie folgt:

2. Beschreibung des Apparates.

Der Apparat besteht zunächst aus einem äufseren, auf drei Metallfüfsen ruhenden, zylindrischen Hohlkörper aus Hartgummi von ca. 20 cm lichter Weite und 23 cm Höhe (Fig. 89). In diesem ist ein zweiter Hartgummi-Hohlkörper der gleichen Form von ca. 6 cm lichter Weite eingesetzt, welcher auf einer Spiralfeder ruht, welche bewirkt, dafs dieser Körper sich gegen den Deckel dicht andrücken kann.

Dieser letztere Zylinder nimmt ein Becherglas auf, welches möglichst die Gröfse des inneren Raumes desselben hat und in welchem das Ablöschen des Kalkes vorgenommen wird.

Verschlossen wird das Ganze durch einen Deckel, gleichfalls aus Hartgummi, welcher vermittelst Bajonett-Verschlufs sich festlegt.

[1]) Landolt, Physikalische Tabellen S. 327.

Der Deckel hat zudem zwei Durchbohrungen, und zwar eine für das Thermometer und eine zweite für das Rührwerk. Letzteres besteht aus einem Metallstab, an welchem unten ein ringförmiges Metallsieb mit Seitenwänden angeschraubt wird. Dasselbe dient zur Aufnahme des abzulöschenden Kalkes und gestattet nur der sich beim Ablöschen bildenden Kalkmilch, durch die engen Löcher des Siebes auszutreten, während die ungelöschten Teile die beim Ablöschen vorgenommene Bewegung des Rührwerks mitmachen müssen. Hierdurch wird ein gleichmäfsiger und schneller Wärmeausgleich erzielt. Das Rührwerk hat zudem eine Führung, welche auf dem Deckel befestigt ist und nur eine beschränkte Bewegung des Rührwerkes gestattet.

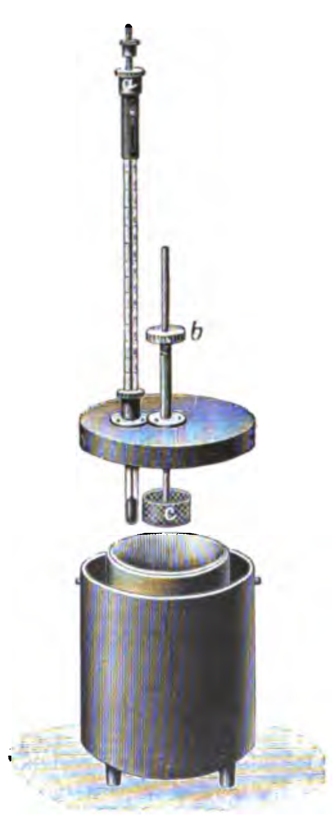


Fig. 89.
Kalzimeter nach Stiepel.

Das Thermometer besitzt eine eigene Konstruktion. Dasselbe hat eine Skala, welche nicht in Grade Celsius eingeteilt ist, sondern derart, dafs beim Ablöschen der für jeden Apparat genau bestimmten Menge reinen Kalziumoxyds (ca. 8 g) in 50 ccm Wasser das vor dem Versuch auf die Null-Marke eingestellte Thermometer bis zur Hundert-Marke steigt, wobei die Strecke 0—100 ca. 15 cm beträgt. Diese Strecke ist in 100 gleiche Teile geteilt, so dafs also ein Teilstrich einem Prozent Kalziumoxyd entspricht. Um nicht immer bei ein und derselben Temperatur arbeiten zu müssen, für welche der Quecksilberfaden vor dem Versuch auf Null einsteht, sondern bei beliebigen Temperaturen zwischen 15 bis 25° C., ist die Skala durch eine besondere Vorrichtung im Thermometer beweglich angebracht, so dafs man leicht vor jedem Versuch durch Drehen der Kopfschraube (*a*) den Nullpunkt in die Höhe des Quecksilberfadens einstellen kann, wodurch also jede Rechnung vermieden wird.

Das bei jeder Bestimmung abzulöschende Quantum Kalk ist jedem Apparat in Form eines Gewichtsstückes beigegeben, auf welchem zudem das Grammgewicht vermerkt ist.

3. Ausführung der Bestimmung.

Nachdem auf einem Tarierblech das Gewicht des Kalkes in Form erbsengrofser Stücke abgewogen worden ist, wobei die genaue Abwägung zuletzt durch Zugabe von etwas feinem Kalk bewirkt werden kann, werden die Kalkstücke auf das Sieb des Rührwerkes gelegt und das feine Pulver in das Becherglas gegeben, in welchem sich 50 ccm Wasser befinden. Mittelst der Schraube (*b*) wird das Rührwerk dabei so hoch festgehalten, dafs es beim nunmehr erfolgenden Aufsetzen des Deckels sich über dem Wasser befindet. Zuvor war der Apparat wie auch das Wasser auf die gerade herrschende Temperatur des Raumes gebracht und die Null-Marke in gleiche Höhe mit dem Quecksilberfaden eingestellt.

Nunmehr wird die Schraube (*b*) gelockert und das Rührwerk in langsame ununterbrochene Bewegung versetzt, und zwar so lange, bis der Quecksilberfaden seinen höchsten Stand erreicht hat, wozu es bei brauchbaren Kalksteinen nur einer Zeit von etwa 1—2 Minuten bedarf. Die Ablesung an der Skala ergibt sofort die Prozente ablöschbaren Kalkes in dem untersuchten Kalkstein. Nach der Bestimmung wird der Deckel abgehoben, durch Lösen der Schraube (*c*) der Rührwerkteller abgelöst und dieser nebst Thermometer und Becherglas mit Wasser gereinigt und abgetrocknet. Nach dem Zusammenstellen des Apparates kann zu einer neuen Untersuchung geschritten werden. Der gleiche Apparat mit anderer Thermometerskala kann natürlich auch zu gleichen Untersuchungen von Strontian oder Baryt usw. dienen.

Hierbei sei noch bemerkt, dafs die Ausführung einer Kalksteinprüfung mit dem Apparat sich in längtens einer Viertelstunde bequem beendigen läfst. Der Apparat wird unbedenklich aufser vom Chemiker auch von einem geschickten Laboratoriumsgehilfen, selbst von einem gewandten Vorarbeiter benutzt werden können, so dafs also durch denselben Gelegenheit gegeben wird, den Kalkofenbetrieb jederzeit in einer Weise zu kontrollieren, wie dies bisher nicht möglich war.

Saturationsgas.

Die in der Zuckerfabrikation für den Saturationsprozefs erforderliche Kohlensäure wird beim Brennen des Kalksteines oder in den Fabriken, welche mit Strontianit arbeiten, durch das Brennen des Strontiumkarbonates gewonnen.

Diese sogenannten Saturationsgase enthalten neben möglichst wenig atmosphärischer Luft bisweilen neben der Kohlensäure als Hauptbestandteil noch geringe Mengen schwefliger Säure und bei nicht genügender Verbrennung auch noch, wenngleich in selteneren Fällen, Spuren von Kohlenoxyd und Schwefelwasserstoff.

Der Wert des Saturationsgases richtet sich natürlich nach der vorhandenen Menge des Hauptbestandteiles, der Kohlensäure, welche je nach der Art und Weise der Gewinnung eine wechselnde sein kann.

Die Untersuchung des Gases wird also hauptsächlich die Bestimmung der Kohlensäure sowie den Nachweis der eventuellen Verunreinigungen erfordern.

Kohlensäure.

Zur Bestimmung der Kohlensäure bedient man sich entweder der Stammer'schen Röhre[1]) oder des Apparates von Scheibler.[2])

1. Bestimmung mit der Stammer'schen Röhre.

Das zu untersuchende Saturationsgas entnimmt man an einer passenden Stelle zwischen der Pumpe und den Saturationsgefäfsen. Man bringt an der Leitung einen Probehahn an, an welchen man einen Gummischlauch ansetzen kann, und prüft das hier ausströmende Gas auf seinen Gehalt an reiner Kohlensäure mittelst Absorption durch kaustisches Kali oder Kalilauge. Die einfachste und für das praktische Bedürfnis jedenfalls hin-

[1]) Stammer, Zuckerfabrikation S. 501.

[2]) Vereinszeitschrift 1866, 644.



reichend genaue Ausführung dieser Prüfung besteht in der Anwendung der in Fig. 90 dargestellten Mefsröhre, welche die Bestimmung in äufserst kurzer Zeit, ohne Mühe und unter Vermeidung der einflufsreichsten Fehlerquellen, gestattet, so dafs dieselbe in jeder Weise für diesen Zweck um so mehr zu empfehlen ist, als aufserdem keine Apparate erfordert werden und die Röhre selbst keine bemerkenswerte Ausgabe bedingt.

Dieselbe ist in Kubikzentimeter mit Unterabteilungen von Fünfteln geteilt, oben zu einer offenen Spitze verlängert und hier durch einen mit etwas Talg gedichteten Glashahn geschlossen; der Inhalt von diesem bis zu dem etwas vom unteren offenen Ende entfernten Nullpunkte beträgt 50 ccm und der Punkt 50 liegt unmittelbar an dem Hahnverschlufs. Natürlich ist jede andere Gröfse der Raumteile anwendbar, nur darf die Röhre nicht zu lang und nicht zu weit sein, damit sie mit dem Finger geschlossen und leicht gehandhabt werden kann.

Zur Entnahme der Gasprobe wird die Mefsröhre in ein ziemlich weites zylindrisches Gefäfs mit Wasser

Fig. 90. Stammer'sche Röhre.



Fig. 91. Stammer'sche Röhre.

gestellt, der Gummischlauch des Probehähnchens über die Spitze gezogen, der Glashahn geöffnet und das Gas einige Minuten durch die Röhre und ihr Sperrwasser strömen gelassen. Hierauf schliefst man erst den Glashahn und nimmt dann den Schlauch ab. Durch diese bequeme Art der Füllung wird die Luft aus der Mefsröhre verdrängt und zugleich das Sperrwasser insoweit mit dem Gase gesättigt, dafs durch dasselbe weiterhin kein Irrtum durch Kohlensäureabsorption bewirkt werden kann. Die Röhre ist nun bis zur Mündung mit Gas gefüllt; um dieses auf das genaue Volumen oder den Nullpunkt einzustellen, bringt man die Röhre in die durch Fig. 91 dargestellte

Lage und öffnet den Glashahn einen Augenblick, um ihn sogleich wieder zu verschliefsen, wodurch das Wasser im Innern steigt und bei richtiger Haltung der Röhre gerade 50 ccm Gas in dieser läfst. Man steckt nun ein Stückchen kaustisches Kali von untenher in die Röhre und verschliefst dieselbe mit dem Finger. Ist das Glasgefäfs hierzu nicht weit genug, so bringt man die mit einem Finger verschlossene Röhre in eine Schale mit Wasser, in welcher sie sich leichter bewegen läfst. Durch Umschütteln löst man das Kali in dem in der Röhre verbleibenden Wasser und bewirkt die Absorption der Kohlensäure durch mehrmaliges Umkehren derselben, worauf man sie unter Wasser öffnet; dieses steigt augenblicklich empor und erfüllt den Raum der absorbierten Kohlensäure. Man senkt die Röhre, welche man im Falle der Benutzung einer Schale wieder in den Glaszylinder zurückgehoben hat, nun so weit in das Wasser, dafs die Oberfläche desselben innerhalb und aufserhalb des Rohres gleich hoch steht. Die an der Teilung abgelesene Zahl ergibt, wie leicht zu verstehen ist, nach der Verdoppelung den raumprozentigen Gehalt des Gases an reiner Kohlensäure. Hat man vor dem Beginne der Messungen die Röhre die Zimmertemperatur annehmen lassen, so ist die Beobachtung von dem Einflusse der Temperatur unabhängig; ebenso hat der Luftdruck und die Löslichkeit des Gases im Sperrwasser keinen Einflufs auf das Resultat, welches demnach nur durch eigentliche Beobachtungsfehler gestört werden kann und als in den Grenzen der Genauigkeit, welche für den rein praktischen Zweck des Vergleiches genügen, verbleibend anzunehmen ist.

Eine Abart der Stammer'schen Röhre, wie sie von Frühling und Schulz angegeben wurde, zeigt die Fig. 92. Der Apparat besteht aus einer 15 mm weiten, in 50 gleiche Teile geteilten Mefsröhre. Diese ist an ihrem oberen Ende durch einen Zweiweghahn *a* verschliefsbar. Über diesem befindet sich ein kleines, durch einen eingeschliffenen Pfropfen verschlossenes, rundes oder auch längliches Gefäfs.

Bei der Untersuchung von Saturationsgas stellt man die Röhre in einen hohen, mit Wasser gefüllten, weiten Glaszylinder, verbindet mit der Gasleitung durch die seitliche Öffnung des Zweiweghahnes und läfst wie oben das Gas sowohl durch die Röhre als auch durch die Sperrflüssigkeit fliefsen. Nach einiger Zeit schliefst man den Hahn und bringt in das obere Gefäfs etwa 20 ccm einer Kalilauge von 1,25—1,50 spezifischem Gewicht, öffnet den Hahn *a* ein wenig nach oben und läfst einen kleinen Anteil der Lauge in die Röhre eintreten. Sie absorbiert und bindet die Kohlensäure fast augenblicklich, es entsteht infolgedessen ein luftverdünnter Raum in der Röhre, das Wasser steigt sofort in die Höhe, genau den Raum der absorbierten Kohlensäure einnehmend.

Derjenige Anteil, welcher nicht von der Kalilauge absorbiert war, ist die beigemengte atmosphärische Luft. Hebt man nun die Röhre so weit

aus dem Wasser, dafs der innere Stand der Flüssigkeit sich höher befindet als der äufsere, und öffnet dann abermals vorsichtig den Glashahn *a* nach oben, so tritt eine neue Menge Kalilauge ein. Man verschliefst hierauf unter Wasser die untere Öffnung der Röhre mit dem Finger der einen Hand, sichert mit der anderen Hand den Verschlufs des oberen Glasgefäfses, schüttelt den Inhalt der Röhre, wie vorhin angegeben, zum Zwecke voll-

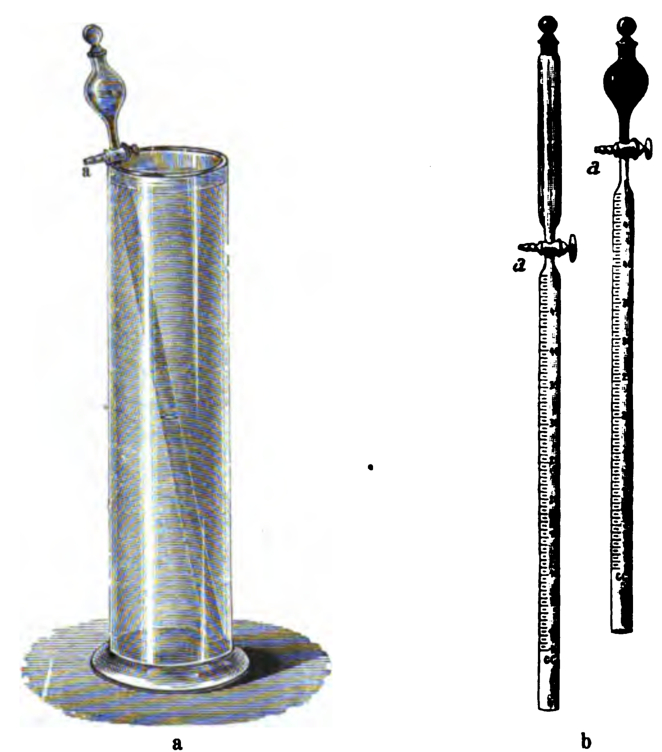


Fig. 92. Gasmefsröhren nach Frühling & Schulz.

ständiger Absorption einige Male kräftig durch und bringt die Röhre in den Zylinder zurück.

Für die Ablesung gelten die oben angegebenen Verhaltungsmafsregeln.

2. Bestimmung mit dem Scheibler'schen Apparat.

Unter den vielen Apparaten zur Bestimmung der Kohlensäure im Saturationsgas hat nur der Scheibler'sche Apparat einigermafsen Eingang in die Technik gefunden. Den Apparat (Fig. 93) sowie dessen Gebrauch beschreibt Scheibler selbst folgendermafsen:

Der in Fig. 93 abgebildete Apparat besteht aus zwei kalibrierten Glasröhren *mn* und *rov*, welche beide von einem Glasgehäuse umgeben sind. Diese Glasumhüllung dient dazu, um beide Röhren gegen durch Luftströmungen bedingte Temperaturwechsel während der Versuche möglichst zu schützen.

Die Röhre *mn* (Mefsröhre) stellt eine Vollpipette dar, welche zwischen ihren dem Glase aufgeätzten Marken *m* und *n* genau 100 ccm Inhalt besitzt; sie dient zum Abmessen des zu prüfenden Saturationsgases. Die andere zweischenklige Röhre *rov* (Absorptionsröhre) fafst in dem Schenkel linker Hand zwischen den eingeätzten Punkten *r* und *o* ebenfalls genau 100 ccm und ist von *o* an nach aufwärts bis zum angesetzten erweiterten Zylinder in 40 ccm (mit Unterabteilungen von je $^1/_5$ ccm) geteilt, was genügt, da der Kohlensäuregehalt der gewöhnlichen Saturationsgase 40 Volumprozente niemals übersteigt. Der Schenkel *v* rechter Hand ist ein gerades, ungeteiltes, oben offenes Glasrohr; es dient als Druckregulator, um ein in den Schenkel *ro* eingeschlossenes Gas unter dem Drucke des Barometerstandes abmessen zu können. Beide Röhren, *mn* und *rov*, führen mit ihren unteren Enden mittelst Kautschukverbindungen, welche Quetschhähne besitzen, in die zweihalsigen Flaschen *C* und *B*, und zwar bis auf die Böden derselben. Diese Flaschen bilden die verschlossenen Behälter für die in Anwendung kommenden Flüssigkeiten, und zwar ist die mit der Vollpipette *mn* in Verbindung stehende Flasche *C* mit Wasser, welches vorher ein für allemal mit Kohlensäure gesättigt ist,

Fig. 93. Apparat zur Untersuchung von Saturationsgas nach Scheibler.

gefüllt, während die mit der U-förmigen Röhre *r o v* verbundene Flasche *B* eine starke Kalilauge von etwa 1,25—1,30 spezifischem Gewicht enthält. Die genannten Flüssigkeiten werden durch die nach vorn gerichteten, mit Kautschukstöpseln verschliefsbaren Tubulaturen der beiden Woulf'schen Flaschen *B* und *C* eingefüllt.

Die oberen Enden *m* und *r* der beiden kalibrierten Mefsröhren sind mit zwei Ausgängen eines am oberen Teile des Holzstatives befestigten dreischenkligen Metallrohres dicht verbunden, welches die Hähne *a* und *b* besitzt. Der letztgenannte Hahn *b* ist ein sogenannter Dreiweghahn, dessen verschiedene Stellungen (welche an derjenigen des Hahnwirbels erkennbar sind) in Fig. 94 (*I, II, III, IV*) sich besonders abgebildet finden.

Bei der Hahnstellung *I* steht die Vollpipette *m n* mit der äufseren Luft (durch eine obere freie Ausgangsöffnung im Hahn) in Verbindung; bei der Stellung *II* kommunizieren die Röhren *m n* und *r o v* miteinander. während die obere Ausgangsöffnung verschlossen ist, und bei der Stellung *III*

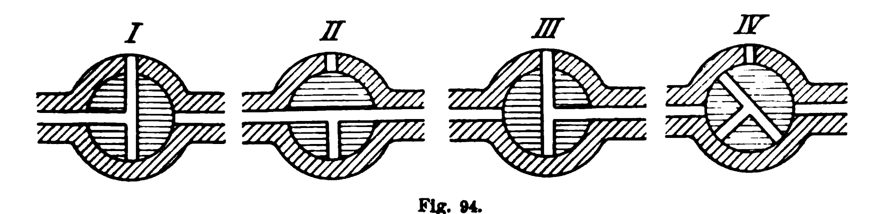


Fig. 94.

steht der Schenkel *r o* der U-förmigen Röhre *r o v* mit der äufseren Atmosphäre in Verbindung. Gibt man endlich dem Hahnwirbel die in der Stellung *IV* angegebene Drehung von 45° Neigung, so sind alle Verbindungen gegeneinander abgeschlossen. Der dritte Ausgang des oben befestigten Metallrohres, der den Hahn *a* trägt, ist mit einem Gummischlauch *S* verbunden, welcher die Bestimmung hat, das zu untersuchende, Kohlensäure enthaltende Gas in die Vollpipette *m n* zu führen. Das freie Ende dieses Schlauches *S* wird mit einem Gasauslafshahn verbunden, der am zweckmäfsigsten hinter der Kohlensäurepumpe an der Leitung nach den Saturationsgefäfsen angebracht ist, woselbst dann auch der ganze Apparat seinen dauernden Stand bekommt. Da das Saturationsgas hinter der Pumpe bekanntlich unter Druck steht, so ist es zweckmäfsig, dasselbe beim Nichtgebrauche des Apparates durch den Schlauch *S* und durch den Dreiweghahn in der Stellung *I* fortdauernd austreten zu lassen; man hat alsdann bei Anstellung eines Versuches jederzeit von dem kurz vorher erzeugten Gase zur Untersuchung vor sich, d. h. die Zuleitungsröhren sind damit gefüllt. Der hierdurch bedingte kleine Verlust an Saturationsgas durch dauernde Ausströmung beim Dreiweghahn kann nicht in Betracht kommen.

Um die Röhren *mn* und *rov* beziehentlich mit den in den Flaschen *B* und *C* befindlichen Flüssigkeiten bequem füllen zu können, dient eine Kautschukkugel *K*, welche durch Kautschukröhren mit den Flaschen *B* und *C* in Verbindung steht. Drückt man diese Kugel mit der Hand zusammen, während man die kleine Öffnung *l* auf derselben mit dem Daumen verschlossen hält, so befindet sich die Luft in beiden Flaschen *B* und *C* unter Druck und die darin enthaltenen Flüssigkeiten werden in die Röhren *mn* oder *rov* aufsteigen, sobald man den Quetschhahn *c* oder *d* öffnet. Die Entleerung dieser Röhren erfolgt begreiflich ohne Mithilfe der Kugel *K* durch einfaches Ablaufenlassen beim Öffnen der Quetschhähne *c* und *d*.

Die Bestimmung der Kohlensäuremenge in einem Saturationsgase geschieht nun mittelst dieses Apparates folgenderweise:

Man füllt zunächst die beiden Röhren *mn* und *rov* mit den betreffenden, in den Flaschen *C* und *B* befindlichen Flüssigkeiten genau bis zu den Marken *m* und *r* mit Hilfe der Kugel *K* nacheinander an. Zu dem Ende (beispielsweise um die Vollpipette *mn* zu füllen) schliefst man den Hahn *a*, gibt dem Dreiweghahn die Stellung *I*, öffnet den unteren Quetschhahn *c* und drückt mit der Hand die Kautschukkugel *K* zusammen, wodurch die Flüssigkeit in die Röhre *mn* tritt, diese von unten nach oben allmählich anfüllend; sobald dann der Flüssigkeitsstand in der Röhre genau die Marke *m* erreicht hat, schliefst man den Hahn *c* (oder man kann auch die Flüssigkeit etwas über die Marke *m* hinausdrücken, bevor man den Hahn *c* schliefst, um dann durch leises Lüften desselben die Flüssigkeit bis zur Marke wieder abfliefsen zu lassen).

In gleicher Weise füllt man die zweischenklige Röhre *rov* bis zur Marke *r* genau mit Kalilauge an, indem man dem Dreiweghahn die Stellung *III* erteilt, den Quetschhahn *d* öffnet und die Kugel *K* zusammenprefst. Demnächst geht man an die Einfüllung des zu prüfenden Gases in die Vollpipette *mn*. Zu dem Ende öffnet man den an der Leitung angebrachten Haupthahn sowie den Hahn *a*, gibt dem Dreiweghahn *b* die Stellung *I* und läfst so lange Gas durch den Kautschukschlauch *S* hindurch bei *b* in die Atmosphäre treten, bis man sicher sein kann, dafs der Schlauch *S* sowohl wie die obere Metallröhre bei *a* und *b* mit dem Gase erfüllt sind. Um jedoch sicher zu sein, dafs auch in der Glasröhre *mn* oberhalb der Marke *m* alle Luft ausgetrieben ist, füllt man diese Röhre ein- oder zweimal mit dem Saturationsgase an, um dasselbe durch die obere Auslafsöffnung am Dreiweghahn wieder auszublasen, was wie folgt geschieht: Man schliefst nämlich den Dreiweghahn (durch Schrägstellung *IV*) und öffnet bei offenstehendem Hahn *a* den unteren Quetschhahn *c*, worauf sich die Röhre *mn* von selbst mit Gas anfüllt; alsdann schliefst man *a*, öffnet den Dreiweghahn *b* (Stellung *I*) und prefst die Kugel *K* zusammen,

damit das Gas in die Luft entweichen kann. Ist dies, wie bemerkt, etwa zweimal geschehen, so kann der eigentliche Versuch beginnen.

Man schliefst zu dem Ende den Dreiweghahn (durch Schrägstellung *IV*), öffnet *a* und *c* und läfst so viel des zu prüfenden Gases in die Röhre *mn* einströmen, dafs nicht allein diese selbst, sondern auch noch die unterhalb *n* angeblasene kleine Glaskugel damit angefüllt ist, die Sperrflüssigkeit mithin unterhalb dieser Glaskugel steht. Alsdann schliefst man den Hahn *a* völlig ab und drückt durch Zusammenpressen der Kautschukkugel *K* bei offenem Hahn *c* die Sperrflüssigkeit genau bis zur Marke *n* (oder etwas darüber hinaus, um den Überschufs ablaufen zu lassen) in die Höhe und schliefst alsdann auch den Hahn *c*. Infolge dieser letzteren Stellung ist das in der Röhre *mn* eingeschlossene Gas um das Volumen der Glaskugel verdichtet und es genügt alsdann, den Dreiweghahn *b* nur auf die Dauer von 1 bis 2 Sekunden zu öffnen, um den Gasüberschufs aus der Röhre *mn* in die Atmosphäre austreten zu lassen, d. h. das in der Röhre *mn* befindliche Gas mit dem gerade herrschenden Barometerstande in Übereinstimmung zu setzen. Dies ist für die Genauigkeit der Messung durchaus erforderlich, zu welchem Endzwecke denn auch die eine Verdichtung des Gases ermöglichende kleine Glaskugel unterhalb *n* angeblasen ist. Ist dies geschehen, so gibt man dem Dreiweghahn die Stellung *II*, wodurch die Röhre *mn* in Verbindung tritt mit der vorher bis genau zur Marke *r* mit Kalilauge angefüllten Röhre *rov*. Man läfst nun durch Öffnen des

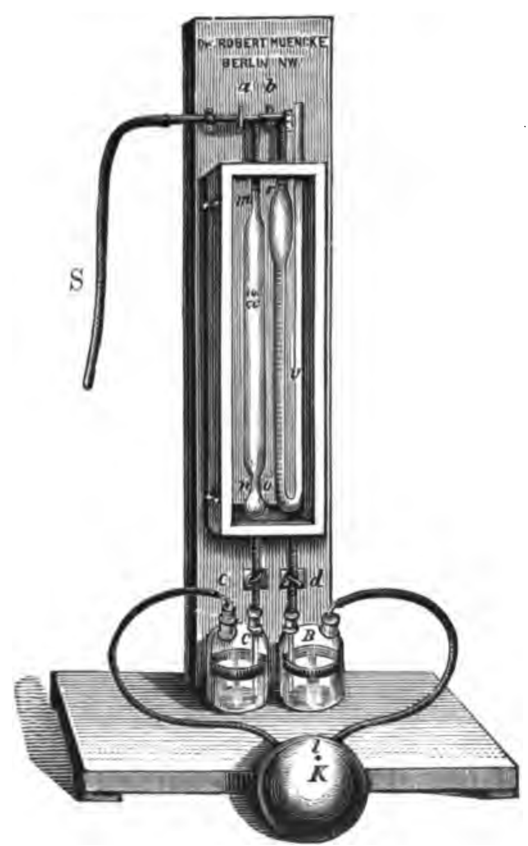


Fig. 95. Apparat zur Untersuchung von Saturationsgas nach Scheibler.

Quetschhahnes *d* die in dem Rohrschenkel *v* befindliche Kalilauge fast vollständig abfliefsen, um so Raum zu gewinnen für die Hinüberdrückung des in der Pipette befindlichen Saturationsgases. Ist dies geschehen, so drückt man bei geöffnetem Quetschhahn *c* so viel des in *mn* befindlichen Gases in die Röhre *rov* hinüber, als das Steigen der Kalilauge in dem Schenkel *v* gestattet, ohne Überfliefsen derselben, läfst hierauf das Gas wieder nach *mn* zurücktreten usw., d. h. man versetzt durch Drücken und Loslassen der Kugel *K* die Kalilauge in der Röhre *v* in eine etwa zehn- bis zwölfmal wiederholte auf- und niedersteigende Bewegung, wodurch die Absorption der Kohlensäure in dem Schenkel *ro* wesentlich beschleunigt wird. Hierbei hat man begreiflich nur Sorge zu tragen, dafs die Kalilauge in *v* nicht zu tief sinkt, wodurch atmosphärische Luft in den Schenkel *or* von unten eintreten und der Versuch mifslingen würde. Schliefslich drückt man dann alles Gas genau bis zur Marke *m* in das Absorptionsrohr *ro* hinüber. schliefst den Quetschhahn *c*. stellt die Kalilauge in beiden Schenkeln der Röhre *rov* nunmehr auf völlig gleiche Höhe ein (durch Abfliefsenlassen oder Einpressen von Kalilauge durch den Hahn *d*), schliefst demnach auch den Dreiweghahn *b* (durch Schrägstellung) und liest zuletzt den Stand der Kalilauge an der Skala der geteilten Röhre nach einigem Abwarten ab. nachdem man vorher, wenn nötig, nochmals die Oberfläche der Kalilauge in beiden Schenkeln genau gleichgestellt hat. Die an der Skala abgelesene Zahl drückt dann sofort ohne weitere Berichtigung den Kohlensäuregehalt des untersuchten Gases in Volumprozenten aus.

Schweflige Säure.

Das Vorhandensein von schwefliger Säure im Saturationsgase prüft man qualitativ meist nur in der Weise, dafs man das Gas durch eine verdünnte Jodstärkelösung oder durch eine verdünnte, mit einer kleinen Menge chlorsaurem Kalium versetzte Indigolösung hindurchströmen läfst. Ist schweflige Säure vorhanden, so werden beide Flüssigkeiten allmählich entfärbt.

Schwefelwasserstoff.

Ist im Saturationsgas die Anwesenheit der schwefligen Säure nachgewiesen, so ist damit ein Gehalt ersterer an Schwefelwasserstoff ausgeschlossen. Schweflige Säure kann in freiem Zustande nicht neben Schwefelwasserstoff bestehen, da sie sich gegenseitig zersetzen.

In Saturationsgasen, welche frei von schwefliger Säure sind, weist man einen Gehalt an Schwefelwasserstoff nach durch einen in das Gas gehaltenen, mit Bleiessig getränkten Papierstreifen, welcher sich bei Anwesenheit des Schwefelwasserstoffes schwärzt.

Will man neben der Kohlensäure auch noch den Gehalt an Sauerstoff oder auch Kohlenoxyd feststellen, welches ja zur Überwachung des Ofenbetriebes zwecks möglichster Ausnutzung der Materialien erforderlich ist, so wendet man den Orsat'schen Apparat an, welcher speziell zur Untersuchung der Rauchgase dient. Die Art, wie der Apparat zu benutzen ist, wird ausführlich in dem Kapitel über die Untersuchung der Rauchgase beschrieben.

Strontianit
und strontiumhaltige Fabrikationsprodukte.

Das Strontium ist ein dem Kalzium und Baryum nahe verwandtes, in seinen chemischen Eigenschaften sehr ähnliches Metall. In der Natur findet es sich hauptsächlich in Verbindung mit Schwefelsäure oder Kohlensäure in derb kristallinischer oder auch kristallisierter Form, gewöhnlich mit den entsprechenden Baryum- und Kalziumverbindungen zusammen auf Gängen und in Gebirgsspalten.

Die Farbe des Strontianits des kohlensauren Strontiums ist weifs, oft grünlich, seltener gräulich und gelblich. Er ist durchsichtig bis durchscheinend. Die Härte desselben ist 3,5, das spezifische Gewicht 3,6—3,8. Er kommt hauptsächlich vor bei Freiberg am Harz, bei Hamm in Westfalen, wo er sich auf Gängen im Kreidemergel vorfindet, ferner in Salzburg sowie auch bei Strontian, einem in Argyleschire in Schottland belegenen Bergdorfe. Hier wurde er zum ersten Male gefunden und hat nach der ersten Fundstelle seinen Namen erhalten.

Der Wert des Minerales richtet sich nach seinem Gehalt an kohlensaurem Strontium, da nur letzteres bei der Melasseentzuckerung Verwendung findet. Deshalb müssen eventuelle Verunreinigungen, wie Kalkspat, Schwefelkies usw., nach Möglichkeit vorher entfernt werden.

Der Strontianit enthält als Hauptbestandteil kohlensaures Strontium (80—90 Prozent), daneben auch kohlensaures Kalzium, Eisenoxyd, Tonerde und in Säuren Unlösliches.

Das schwefelsaure Strontium führt den mineralogischen Namen Cölestin und hat seinen Namen wegen der himmelblauen Färbung einer bei der Dornburg bei Jena vorkommenden Varietät erhalten. Es findet sich in ausgezeichnet schönen rhombischen Säulen in Sizilien. Die Löslichkeit in Wasser ist eine sehr geringe; es löst sich in 6900 Teilen kaltem und 9640 Teilen heifsem Wasser.

Das in den direkten Betrieb gelangende Strontiumoxyd (die Glühmasse) wird durch Brennen des Strontianits oder auch durch das Brennen des im Betriebe durch Saturation strontianhaltiger Lösungen entfallenden kohlensauren Strontiums („weifser“ und „brauner“ Schlamm) erhalten. Es

ist eine graue, poröse, unschmelzbare Masse, welche mit Wasser Strontiumhydroxyd oder Strontiumhydrat, $Sr(OH)_2$, bildet. Dieses kristallisiert aus heifsen, gesättigten, wässerigen Lösungen mit 8 Molekülen Kristallwasser aus, besitzt also die Formel $Sr(OH)_2 + 8H_2O$. Die leicht an der Luft verwitternden Kristalle geben nach und nach 7 Moleküle Wasser ab. Durch Trocknen bei 100° C. wird es wasserfrei erhalten.

Das Hydrat ist stark alkalisch, wirkt ätzend und zieht begierig Kohlensäure aus der Luft an.

Die Löslichkeit desselben in Wasser steigt mit zunehmender Temperatur; so z. B. lösen bei 0° 100 g Wasser 0,9 g, bei 100° 47,7 g des kristallisierten Hydroxydes. Die Lösung heifst Strontianwasser und gleicht sehr dem Kalkwasser.

1. Strontianit.

a) Qualitative Analyse.

Die qualitative Analyse dient zur Erkennung des Strontianits, sowie zu dessen Unterscheidung von anderen ähnlich aussehenden, besonders Kalk und Baryt enthaltenden Mineralien.

Zu diesem Zwecke löst man den Strontianit in Salzsäure, wobei unter Aufbrausen Kohlensäure entweicht. Die klare Lösung wird von dem unlöslichen Rückstande abfiltriert und eine kleine Menge des Filtrates mit Gipswasser versetzt. Entsteht hierdurch kein Niederschlag, so ist nur Kalk vorhanden.

Eine nach einiger Zeit auftretende weifse Trübung oder Fällung deutet auf die Gegenwart von Kalk, Baryt und Strontium.

In diesem Falle versetzt man eine neue Probe der Lösung so lange mit verdünnter Schwefelsäure, dafs bei fernerem tropfenweisen Zugeben kein weiterer Niederschlag entsteht.

Kalk.

Letzterer wird abfiltriert, das Filtrat mit Ammoniak alkalisch gemacht, mit Essigsäure angesäuert und mit einer Lösung von oxalsaurem Ammon versetzt. Entsteht eine weifse Fällung, so ist Kalk vorhanden.

Baryt.

Ein weiterer Teil der salzsauren Lösung des Minerales wird, nachdem dieselbe mit Ammoniak alkalisch gemacht war, wieder mit Essigsäure schwach angesäuert, worauf von einer Lösung von Kaliumdichromat so lange hinzugesetzt wird, bis auf weiteren Zusatz keinerlei Fällung mehr entsteht. Ist Baryt vorhanden, so entsteht ein schwerer gelber Niederschlag.

Strontium.

Der im vorstehenden Absatz erhaltene Niederschlag wird abfiltriert und das Filtrat mit Gipswasser und etwas verdünnter Schwefelsäure versetzt. Bei Gegenwart von Strontium tritt sogleich oder auch allmählich eine weifse Trübung auf.

Das Strontium ist sehr leicht in der Flammenreaktion durch die tiefrote Färbung erkenntlich, welche sie der Flamme erteilt. Aufserdem hat es ein sehr charakteristisches Spektrum.

b) Quantitative Analyse.

Das für die quantitative Analyse zu verwendende Material wird fein gepulvert und durch ein Haarsieb getrieben. Hierbei hat man zu beachten, dafs etwaige schwerer zu zerkleinernde Stücke nicht etwa zurückgelassen werden, sondern dafs auch sie so lange bearbeitet werden müssen, bis sie durch das Haarsieb hindurchgegangen sind. Hierauf wird alles sorgfältigst gemischt und der gröfsere Teil der Substanz im Lufttrockenschranke zwei Stunden bei 110° getrocknet und darauf in einer gut verschlossenen Flasche vor dem Anziehen von Feuchtigkeit aufbewahrt. Diese getrocknete Probe dient als Material für die quantitative Analyse.

Feuchtigkeit.

In einem Teil des nicht getrockneten Pulvers wird die Feuchtigkeit bestimmt. Zu diesem Zwecke werden 10 g der Substanz bei 110° im

Lufttrockenschrank bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Die Differenz der Wägungen gibt den gesuchten Wassergehalt an, der auf Prozente durch Multiplikation mit 10 zu berechnen ist.

Unlösliches in Säure.

Von der oben erwähnten Probe wägt man 10 g genau ab, bringt dieselben verlustlos in einen Erlenmeyer-Kolben und übergiefst zuerst mit Wasser, worauf dann langsam ca. 50 ccm reine konzentrierte Salzsäure hinzugesetzt werden. Hierbei hält man den Kolben mit einem passenden Uhrglase bedeckt, so dafs einem Verspritzen vorgebeugt wird.

Ist die Kohlensäureentwicklung vorüber, so spült man das Uhrglas mit destilliertem Wasser ab, um etwaige Tropfen wieder mit der Gesamtmenge zu vereinigen, kocht die Flüssigkeit einige Minuten lang und filtriert sodann durch ein quantitatives Filter.

Das Filtrat läfst man in einen 500 ccm fassenden Kolben laufen, in welchem es mit den übrigen Waschwässern vereinigt wird. Das gut ausgewaschene Filtrum wird im gewogenen Platintiegel verascht und der Rückstand gewogen. Das Gewicht desselben mit 10 multipliziert gibt den Prozentgehalt an Unlöslichem an.

Eisenoxyd und Tonerde.

Das vorstehend erhaltene Filtrat wird auf die Normaltemperatur abgekühlt und zu 500 ccm mit Wasser aufgefüllt. Von der gut durchgemischten Lösung dienen 100 ccm = 2 g Substanz zur Bestimmung. Um etwa als Oxydul vorhandenes Eisen in Oxyd überzuführen, oxydiert man mit einigen Tropfen Salpetersäure und fügt dann Ammoniak zu der siedenden Lösung. Der flockige braunrote Niederschlag wird abfiltriert, mit ammoniakhaltigem Wasser gründlich ausgewaschen und nach der Veraschung im Platintiegel geglüht und gewogen. Das Mehrgewicht des Tiegels mit 50 multipliziert gibt den prozentischen Gehalt des Minerals an Eisenoxyd und Aluminiumoxyd an. Das Filtrat mitsamt den Waschwässern dient zur folgenden Bestimmung und wird in einem nicht zu kleinen Becherglase aufgefangen.

Strontiumkarbonat.

Das Filtrat von Eisenoxyd und Tonerde wird in der Siedehitze mit einer Lösung von Ammoniumkarbonat so lange versetzt, bis keine weitere

Fällung mehr erfolgt. Die ausfallenden kohlensauren Salze, welche die Gesamtmenge des Strontiums und Kalziums enthalten, werden schnell auf einem Filter abfiltriert und sowohl Glas wie auch Filtrat gut mit siedendem Wasser ausgewaschen. Das Filtrat kann sofort beseitigt werden.

Nun setzt man unter den Trichter eine Porzellanschale, durchstöfst das Filter mit einem spitzen Glasstabe, spült letzteren rein ab und spritzt den nunmehr aus reinem Strontium- und Kalziumkarbonat bestehenden Niederschlag in die Schale. Etwa auf dem Filter noch haftende Reste entfernt man durch Betröpfeln mit konzentrierter Salpetersäure und spült noch mit etwas heifsem Wasser nach. Nun bedeckt man die Porzellanschale mit einem Uhrglase, um ein Verspritzen zu vermeiden, und fügt unter vorsichtigem Bewegen der Schale aus einer Pipette langsam 5 bis 6 ccm konzentrierte Salpetersäure hinzu, worauf sich die Salze unter heftiger Kohlensäureentwicklung lösen. Um sämtliche Kohlensäure auszutreiben, erhitzt man die bedeckt zu haltende Porzellanschale einige Minuten lang zum Kochen, spült das Uhrglas gut ab und verdampft die Lösung auf dem Wasserbade zur Trockne. Den weifsen kristallinischen Rückstand von salpetersaurem Strontium und Kalzium trocknet man eine Stunde lang bei 110° C. im Lufttrockenschrank und übergiefst ihn nach dem Erkalten im Exsikkator mit etwa 20—30 ccm eines Gemenges von gleichen Teilen wasserfreiem Alkohol und Äther, zerreibt dann die Salze mit einem Glaspistill und läfst unter einer Glasglocke — um Wasseranziehung zu vermeiden — 12 Stunden lang stehen.

Das Kalziumnitrat löst sich vollständig, das Strontiumnitrat bleibt zurück.

Das Strontiumnitrat wird über ein gewogenes Filter abfiltriert, mit der Alkohol-Äthermischung gut ausgewaschen und nach dem Trocknen bis zur Gewichtskonstanz, gewogen.

Die Differenz der Gewichte, bestehend aus reinem trockenen Strontiumnitrat, $Sr(NO_3)_2$, wird auf Strontiumkarbonat umgerechnet und durch Multiplikation mit 50 auf Prozente berechnet.

Will man das Strontium als schwefelsaures Strontium fällen, so löst man den auf dem Filter befindlichen Niederschlag nach dem Verdunsten des Alkohols und Äthers mit wenig heifsem Wasser und fällt in der Lösung durch Zusatz von verdünnter Schwefelsäure. Zur raschen und völligen Ausfällung fügt man ein gleiches Volumen Alkohol hinzu, filtriert über ein quantitatives Filter, wäscht mit verdünntem Alkohol völlig aus, verascht und wägt. Das Strontiumsulfat wird auf Strontiumkarbonat umgerechnet und letzteres mit 50 multipliziert, um Prozente zu erhalten.

Kalziumkarbonat.

Das unter Strontiumkarbonat erhaltene Filtrat, welches das Kalziumnitrat in Alkohol-Ätherlösung enthält, wird mit ca. 20 ccm heifsem Wasser verdünnt und zwecks Entfernung des Äthers einige Zeit auf dem kochenden Wasserbade erwärmt, worauf man das Kalzium mit oxalsaurem Ammonium in bekannter Weise fällt und als Kalziumoxyd wägt (siehe S. 325).

Vereinfachte Analyse.

Handelt es sich lediglich um die Bestimmung des Strontiumkarbonats (und Kalziumkarbonats), so kann der Gang der Untersuchung folgendermafsen vereinfacht werden:

10 g Substanz spült man mit Wasser in einen 500 ccm-Kolben und erhitzt nach Zugabe von 50 ccm Salpetersäure zum Sieden, worauf man so viel Ammoniak hinzusetzt, bis der entstehende Niederschlag sich in groben Flocken abscheidet und die Flüssigkeit deutlich nach Ammoniak riecht. Sodann füllt man mit Wasser bis fast zur Marke, kühlt den lose verkorkten Kolben auf Normaltemperatur ab, füllt zur Marke auf, mischt durch und filtriert möglichst schnell durch ein Faltenfilter. Von dem klaren Filtrate werden 100 ccm, wie unter Strontiumkarbonat angegeben, weiterbehandelt.

— — — —

2. Strontiumhaltige Fabrikationsprodukte.

a) Glühmasse.

Dasjenige Produkt, welches durch Brennen des Strontianits oder des im Betriebe durch Saturation strontianhaltiger Lösungen entfallenden kohlensauren Strontiums („weifser“ und „brauner“ Schlamm) erhalten wird, heifst *„Glühmasse“*.

Die Untersuchung dieser Glühmasse erstreckt sich nur auf die Ermittelung des Gehaltes an Strontiumoxyd. Infolge der geringen Löslichkeit des Oxydes in kaltem Wasser arbeitet man stets in heifser Lösung, und zwar möglichst rasch.

Die Bestimmung selbst erfolgt folgendermafsen: 10 g des gepulverten, aus einer guten Durchschnittsprobe stammenden Materiales übergiefst man

in einer emaillierten Eisenschale mit 500 ccm heifsem Wasser. Nun ermittelt man auf einer Tarierwage das Gesamtgewicht, erhält einige Minuten im Sieden und ersetzt darauf das verdampfte Wasser durch Hinzufügen von heifsem Wasser, mischt ordentlich durch, filtriert durch ein trockenes Faltenfilter und titriert 50 ccm des heifsen Filtrates mit $^3/_4$ Normalsäure (siehe S. 275), unter Anwendung von Phenolphtaleïn als Indikator.

Die gefundenen Prozente Hydroxyd sind dann noch auf Strontiumoxyd umzurechnen.

b) Weifses Salz, braunes Salz und Schleudersalz.

Das „weifse Salz" bildet sich durch die Einwirkung von Wasser auf das Strontiumoxyd, d. h. es entsteht beim Löschen der Glühmasse. Es ist nach der Formel $Sr(OH)_2 + 8 H_2O$ zusammengesetzt. Läfst man eine heifse Lösung desselben auf verdünnte Melasse einwirken, so fällt sämtlicher Zucker der Melasse als Saccharat aus. Aus der Mutterlauge des Saccharates, einer braungefärbten Flüssigkeit, kristallisiert beim Abkühlen noch überschüssiges Hydroxyd aus, „braunes Salz" genannt. Bei der Saturation mit Kohlensäure fällt Strontiumkarbonat, „brauner Schlamm" genannt, aus. Das durch Decken mit 10 prozentiger reiner Hydroxydlösung gereinigte Saccharat zersetzt sich in der Kälte unter Bildung von kristallisiertem, gelblich-braun gefärbtem Hydroxyd, welches von der strontiumhaltigen Zuckerlösung durch zentrifugieren getrennt wird. („Schleudersalz.")

Strontiumhydroxyd.

In diesen soeben erwähnten Produkten wird das Strontiumhydroxyd durch Titration mit $^3/_4$ Normal-Salzsäure bestimmt. Zu diesem Zwecke löst man 10 g in einem 500 ccm-Kolben in siedendem Wasser, füllt mit heifsem Wasser bis zur Marke, mischt, filtriert, wenn erforderlich, und titriert 50 ccm = 1 g Substanz des heifsen Filtrates mit $^3/_4$ Normal-Salzsäure. Indikator Phenolphtaleïn.

Zucker im Schleudersalz.

Das Schleudersalz enthält meist ca. 3—4 Prozent Zucker. Die Bestimmung desselben erfolgt nach S. 270.

Schlempekohle.

Die Schlempekohle enthält neben dem ihren Handelswert bedingenden Kaliumkarbonat hauptsächlich noch Natriumkarbonat, Chlorkalium, Kaliumsulfat, sowie ferner Kohle, Sand und Ton.

Die Untersuchung der Schlempekohle geschieht nach der von Heyer[1]) angegebenen Methode.

Probenahme.

Bei der Probenahme ist zu berücksichtigen, dafs der Hauptbestandteil der Schlempekohle, das Kaliumkarbonat, ein sehr hygroskopischer Körper ist und lebhaft Wasser aus der Luft anzieht. Aus diesem Grunde ist sowohl das Probenehmen sowie die Vorbereitung der Probe möglichst schnell vorzunehmen.

Die Substanz selbst mufs in gut schliefsenden Flaschen aufbewahrt werden.

Feuchtigkeit.

10 g Substanz werden im Wägegläschen bei 110° im Lufttrockenschranke bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

Unlösliches (Kohle, Sand und Ton).

20 g Substanz werden im siedenden Wasserbade mit ungefähr 250 ccm Wasser eine Viertelstunde lang digeriert. Die Lösung filtriert man heifs über ein bei 110° getrocknetes, gewogenes Filter und wäscht mit heifsem Wasser völlig aus.

Das Filter wird nun wieder im Wägegläschen getrocknet und gewogen. Das Mehrgewicht ergibt die Summe von Kohle, Sand und Ton.

---

[1]) Chemiker-Zeitung 1891, 15, No. 82.

Hierauf verbrennt man das Filter in einem gewogenen Platintiegel und glüht so lange, bis sämtliche organische Bestandteile verbrannt sind. Nach dem Wägen erfährt man aus dem Mehrgewicht das Gewicht von Sand und Ton. Aus der Differenz beider Endwägungen ergibt sich der Kohlegehalt.

Gesamt-Alkalisalze.

Das bei der Bestimmung des Unlöslichen erhaltene Filtrat fängt man in einem 500 ccm-Kolben auf, vereint es mit den Waschwässern, läfst erkalten und füllt zur Marke auf.

Je 25 ccm dieser Lösung werden in vier kleine, geglühte, mit einem Glasstäbchen gewogene Porzellanschälchen gebracht und auf dem Wasserbade zur Trockne eingedampft. Hierauf stellt man die Schälchen auf eine erhitzte Asbestplatte und verjagt auf diese Weise das letzte Wasser vollständig. Nun glüht man die Schälchen noch einige Minuten unter Bedeckung mit einem Deckel über freier Flamme, bis die Masse eben anfängt zu schmelzen.

Hierauf läfst man im Exsikkator erkalten und wägt. Aus dem Durchschnittsgewicht der vier Wägungen erhält man das Gewicht der Gesamt-Alkalisalze.

Chlorkalium.

Den Inhalt des Schälchens No. 1 = 1 g Substanz löst man in heifsem Wasser und bringt die Lösung verlustlos in ein Becherglas, in welchem dieselbe mit Salpetersäure genau neutralisiert wird. Da Schlempekohlen öfters etwas Cyankalium enthalten und letzteres mit Säuren Cyanwasserstoffsäure entwickelt, so entfernt man letztere dadurch, dafs man die neutralisierte Lösung einige Zeit in langsamem Sieden erhält. Versäumt man dies, so kann die Titration des Chlors durch Silberlösung leicht zu hoch ausfallen, da Cyanwasserstoffsäure ebenfalls Silber ausfällt.

Zu der erkalteten Lösung fügt man den Indikator — einige Tropfen Kaliumchromat-Lösung — und titriert darauf mit $^1/_{10}$ Normal-Silberlösung, von welcher 1 ccm = 0,00744 g Chlorkalium entspricht.

Schwefelsaures Kalium.

Den Inhalt des Schälchens No. 2 löst man unter Zusatz einiger Tropfen Salzsäure in heifsem Wasser, spült die Lösung verlustlos in ein Becherglas und fällt in derselben die Schwefelsäure heifs durch Chlorbaryum.

Phosphorsaures Kalium.

No. 3 dient zur Bestimmung des phosphorsauren Kaliums. Zu diesem Zwecke löst man den Rückstand in heifsem Wasser, übersättigt die Lösung mit Salpetersäure und fällt die Phosphorsäure in bekannter Weise durch Zusatz von molybdänsaurem Ammonium. Den gelben Niederschlag löst man in heifsem Ammoniak und fällt die Phosphorsäure durch Magnesiamixtur als phosphorsaure Ammoniakmagnesia aus. Nach dem Filtrieren und Glühen wägt man als pyrophosphorsaure Magnesia. Multipliziert man das Gewicht derselben mit 1,9071, so erhält man den Gehalt an phosphorsaurem Kalium in 1 g Schlempekohle.

Kohlensaures Kalium.

Den Inhalt des Schälchens No. 4, des letzten der Glühschälchen, löst man in wenig heifsem Wasser und spült alles verlustlos in ein 100 ccm-Kölbchen. In diesem übersättigt man mit Salzsäure, erhitzt zum Sieden und setzt so viel von einer Chlorbaryumlösung hinzu, dafs die Schwefelsäure genau ausgefällt wird. Wieviel Schwefelsäure vorhanden ist, weifs man ja aus der Bestimmung derselben. Die zur Ausfällung erforderliche Chlorbaryumlösung stellt man sich her, indem man 1,047 g kristallisiertes Chlorbaryum zu 100 ccm löst; ein jeder Kubikzentimeter entspricht alsdann 0,01 g Baryumsulfat.

Ist die Lösung erkaltet, so füllt man bis zur Marke auf, mischt und filtriert durch ein trockenes Filter.

In 20 ccm = 0,2 g Substanz des Filtrates wird das Gesamtalkali mittelst Platinchlorid bestimmt. Um die Menge des kohlensauren Kalis zu ermitteln, multipliziert man das Gewicht des Kaliumplatinchlorids mit 0,2846 und erhält so den Gesamtalkaligehalt in 0,2 g Schlempekohle als kohlensaures Kalium.

Nun rechnet man das

Chlorkalium	durch Multiplikation mit	0,9268
schwefelsaure Kalium	„ „ „	0,7933
phosphorsaure „	„ „ „	0,9763

auf kohlensaures Kalium um und zieht die Summe dieser von dem gesamtkohlensauren Kali ab. Die Differenz ergibt den Gehalt an kohlensaurem Kali.

Kohlensaures Natrium.

Subtrahiert man die gefundenen Prozente gesamtkohlensaures Kali von den gefundenen Prozenten Gesamtalkali ab, so ergibt die Differenz den Prozentgehalt an kohlensaurem Natrium.

Im nachfolgenden seien einige Analysen von Schlempekohle mitgeteilt:[1])

	a	b	c
Kohlensaures Kalium	23,6	33,7	28,98
" Natrium	20,4	20,5	19,83
Chlorkalium	17,1	17,0	22,54
Schwefelsaures Kalium	7,7	12,0	6,95
Cyankalium	—	—	1,60
Kieselsäure	—	—	0,11
Unlösliches	22,8	10,5	15,31
Wasser	8,4	6,3	4,61

a und c repräsentieren Proben mittlerer Güte, b eine vorzügliche und gut kalzinierte Sorte.

Lefèvre fand die Schlempekohle verschiedener Rübenzuckerfabriken Frankreichs zusammengesetzt aus:

Wasser und Unlösliches	26,22	19,82	17,47	13,36
Schwefelsaures Kalium	12,95	9,88	2,55	3,22
Chlorkalzium	15,87	20,59	18,45	16,62
Chlorrubidium	0,13	0,15	0,18	0,21
Kohlensaures Natrium	25,52	19,66	19,22	16,54
" Kalium	23,40	29,90	42,13	50,05

[1]) Muspratt, Handbuch der technischen Chemie, 1893, IV, 872.

Knochenkohle.

Allgemeines.

Wenn auch die Knochenkohle nicht mehr die allgemeine Anwendung in der Zuckerfabrikation findet wie in früheren Jahren, wo sowohl Rohzuckerfabriken als auch Raffinerien über Knochenkohle filtrierten, so wird sie doch noch fast allgemein in der Raffinerie im alten Ansehen gehalten und bildet hier einen Gegenstand steter Aufmerksamkeit und sorgfältiger Überwachung.

Die entfärbende Kraft der Knochenkohle wurde zuerst von Lowitz beobachtet, aber erst im Jahre 1811 schlug Figuier vor, dieselbe als Entfärbungsmittel anzuwenden. 1815 wurde von Martineau in London ein Patent auf das Klären von Rohrzucker mit Knochenkohle genommen. Die Kohle wurde als feines Pulver in den Sirup gebracht und letzterer dann durch Körbe aus Weidengeflecht, die mit einem Tuche ausgelegt waren, filtriert. 1825 führte Taylor zu diesem Zwecke seine Sackfilter ein. Dumont und Derosne konstruierten 1829/30 geschlossene Filter, durch welche die Säfte hindurchgedrückt wurden, und dadurch war die Möglichkeit gegeben, die Kohle in Stücken zu verwenden und nach dem Gebrauche wieder für weitere Benutzung anwendbar zu machen, sie zu regenerieren.

Die Knochen, woraus die Knochenkohle dargestellt wird, bestehen, wie bekannt, aus anorganischen unverbrennlichen Stoffen, meist phosphorsaurem Kalk und einem organischen verbrennlichen Gewebe. Werden die Knochen ohne Luftzutritt erhitzt, so verkohlen die letzteren, während die ersteren so gut wie unverändert bleiben. Der Rückstand, die Knochenkohle, besteht nun aus einer fein verteilten, die mineralischen Stoffe in deren ursprünglichen Gestalt überziehenden Kohle, welche aufserdem wechselnde aber wesentliche Mengen Wasserstoff und Stickstoff enthält. Es ist demnach die Porosität der Knochenkohle eine Folge der anatomischen Struktur des Rohmaterials und der Unschmelzbarkeit der anorganischen Bestandteile derselben. Man kann sich aber die Kohle bestehend denken aus unendlich kleinen Zellen oder Kanälen, deren Wandungen mit einer Stickstoffkohle in äusserster Feinheit und Verteilung überzogen wird.

Die Zusammensetzung der Knochenkohle in qualitativer Hinsicht ist überall dieselbe. Die quantitative Zusammensetzung dagegen schwankt je nach der Güte des Rohmateriales.

Im nachstehenden seien einige Analysen von verschiedenartigen Knochenkohlen angeführt:

Kohlenstoff	= 9,6 %
Gips	= 0,2 "
Kalziumkarbonat	= 8,6 "
Kalziumphosphat	= 78,3 "
Magnesiumphosphat	= 1,3 "
Chlornatrium	= 0,5 "
Silikate, Sand	= 0,8 "
Eisen	= 0,2 "
Alkalien, Schwefel, organische Stoffe	= 0,5 "
	= 100,0 %.

Es ist dies die Zusammensetzung einer deutschen Kohle, um welche Zahlen die prozentualen Mengen in anderen Kohlen schwanken. Die folgenden Analysen zeigen die Zusammensetzung anderer (amerikanischer) Kohlen von bester Qualität:[1])

	1.	2.	3.	4.
Feuchtigkeit	3,37	2,56	2,45	2,39
Kohle	8,05	7,67	7,76	7,55
Kalziumkarbonat	6,71	7,54	8,76	7.42
Kalziumsulfat	Spur	0.08	Spur	Spur
Eisen	0,18	0,30	0,098	0,17
Sand und Ton	0,43	0,32	0,32	0.57
Unbestimmtes (Phosphate usw.)	81,26	81,53	80.602	81.90
	100,00	100,00	100,00	100.00

	5.	6.	7.	8.
Feuchtigkeit	2,78	4,43	2,07	1,76
Kohle	8,17	8,70	8,47	9.08
Kalziumkarbonat	7,60	7,84	6,08	7,19
Kalziumsulfat	0.06	Spur	Spur	Spur
Eisen	0,11	0,04	0,05	0.10
Sand und Ton	0,57	—	—	—
Unbestimmtes (Phosphate usw.)	80,71	78,99	83,33	81.87
	100,00	100,00	100,00	100.00

[1]) Tucker, Manual of Sugar Analysis, 296.

Wie schon oben gesagt, enthält der Kohlenstoff in der Knochenkohle Stickstoff, welcher nach den Untersuchungen des Verfassers[1]) um 1 Prozent herum schwankt, gewöhnlich aber unter 1 Prozent liegt. Der Stickstoffgehalt steht in einem bestimmten Verhältnisse zum Kohlegehalt, wie z. B. nachstehende Zahlen zeigen; er beträgt ungefähr $^1/_{10}$ des Kohlegehaltes.

Kohlenstoff . . = 7,9 $^0/_0$,
Stickstoff . . . = 0,843 $^0/_0$.

Der gröfsere oder geringere Stickstoffgehalt ist jedenfalls auf die Art und Weise der Fabrikation zurückzuführen. Die frischen, nicht entleimten Knochen werden der trockenen Destillation unterworfen, und dabei als Nebenprodukte aus dem sich bildenden sogenannten Knochenöl Stickstoffverbindungen gewonnen, aus denen Pyridinbasen, wie

Pyridin . . . . C_5H_5N
Pikolin . . . . C_6H_7N
Lutidin . . . . C_7H_9N
Kollidin . . . . $C_8H_{11}N$

isoliert worden sind. Ihre Entstehung verdanken die Pyridinbasen im Knochenöl der Wechselwirkung von Fetten (Glyzerinestern) mit ammoniakhaltigen Substanzen (wie Eiweifs und dergl.), indem wahrscheinlich das aus den ersteren entstehende Akroleïn mit dem Ammoniak sich zu Pyridinen kondensiert.

Aber auch dieser Stickstoffgehalt ist kein einheitlicher, sondern man kann deutlich mit aller Bestimmtheit nachweisen, dafs derselbe in zwei Formen vorliegt.[2])

Diese stickstoffhaltigen Substanzen verändern sich beim Erhitzen, wobei ein stetiger Stickstoffverlust und damit ein Verlust an stickstoffhaltiger Kohle eintritt. Dies zeigt folgende Tabelle.[3])

100 g Kohle enthalten:

	Urspr. Kohle	2 Stunden erhitzt auf 100°	2 Stunden erhitzt auf 200°	2 Stunden erhitzt auf 300°
Kohlenstoff	7,9	7,456	6,948	6,800
Gesamtstickstoff	0,843	0,742	0,714	0,616
Stickstoff nach Kjeldahl . .	0,669	0,502	0,350	0,308
Cyanstickstoff a. d. Differenz	0,174	0,240	0,364	0,308
Entwichen als Ammoniak	—	—	0,0398	0,0362

[1]) Zeitschrift 1900, 50, 887.
[2]) Ebenda.
[3]) Ebenda.

Auf diese Umsetzung der Stickstoffkörper, sowie auf das Entweichen des Ammoniaks ist die hauptsächlichste Verminderung des so kostbaren Kohlenstoffes in der Knochenkohle zurückzuführen, wie es sich ja auch klar aus der vorstehenden kleinen Tabelle ergibt.

Früher führte man die Abnahme des Kohlenstoffgehaltes beim Glühen der Knochenkohle auf die angebliche Reduktion des Gipses zu Schwefelkalzium zurück. Es kann letzteres auf zwei Arten vor sich gehen, welche durch folgende Formeln gekennzeichnet werden:

$$1.\ CaSO_4 + 2C = CaS + 2CO_2.$$
$$2.\ CaSO_4 + 4C = CaS + 4CO.$$

Die Formel 1 drückt den Prozefs bei genügendem Luftzutritt, die Formel 2 bei ungenügendem Luftzutritt oder Luftabschlufs aus.

Die Richtigkeit dieser beiden Formeln läfst sich in keiner Weise bezweifeln. Trotzdem finden diese Prozesse jedoch in der Kohle nicht statt, weil im Fabrikbetriebe nie die Temperaturen erreicht werden, bei welchen diese Umsetzungen vor sich gehen können.[1])

Schwefelkalzium ist in der Kohle bei normalen Verhältnissen nicht vorhanden, sondern der Sulfidschwefel ist an Eisen gebunden. Man kann dies durch die Behandlung der Kohle mit Essigsäure nachweisen, indem bei Anwesenheit von Schwefelkalzium Schwefelwasserstoffgeruch auftritt; Schwefeleisen entwickelt mit Essigsäure keinen Schwefelwasserstoff.

Neue Kohle enthält nur den Konstitutionsgips.

Arbeitet man mit einer Kohle, deren Gipsgehalt künstlich bereichert wurde, in welcher also die Hauptmenge des Gipses in den Poren und nicht im Skelett der Kohle zu suchen ist, so ist eine Reduktion bei anhaltendem hohen Glühen wohl denkbar, aber aus obengenannten Gründen nicht annehmbar.

Der mit „Kohlenstoff“ bezeichnete Teil der Knochenkohle trägt die Ursachen eines steten Sichselbstverzehrens in sich selbst.

Wie schon oben bemerkt, enthält die Kohle Schwefeleisen, welches beim Glühen der Kohle Veränderungen unterworfen ist, wovon nachstehende zwei Analysen zur Illustration dienen mögen:

	1. Neue Kohle	2. Dieselbe Kohle, weifs gebrannt
Kohlenstoff	7,090 %	0,352 %.
Kohlensaurer Kalk . . .	10,020 „	6,770 „
Schwefelsaurer Kalk . .	0,179 „	0,275 „
Schwefelkalzium	0,000 „	0,000 „
Kalziumoxyd	0,000 „	6,840 „

[1]) Näheres hierüber siehe Stolle, Vereinszeitschrift 1901, 23.

	1. Neue Kohle	2. Dieselbe Kohle, weifs gebrannt
Dreibas. phosphors. Kalk .	78,200 %	86,290 %.
Ferrosulfid	0,175 „	0,0639 „
Ferrioxyd	0,130 „	0,233 „

Hierdurch soll nun aber keineswegs gesagt sein, dafs eine Bestimmung der Sulfide nicht mehr erforderlich ist. Es ist dies jetzt ebenso notwendig wie früher, denn sowohl Kalzium- als auch Eisensulfid sind in Zuckerlösungen relativ leicht löslich und von verderblicher Einwirkung

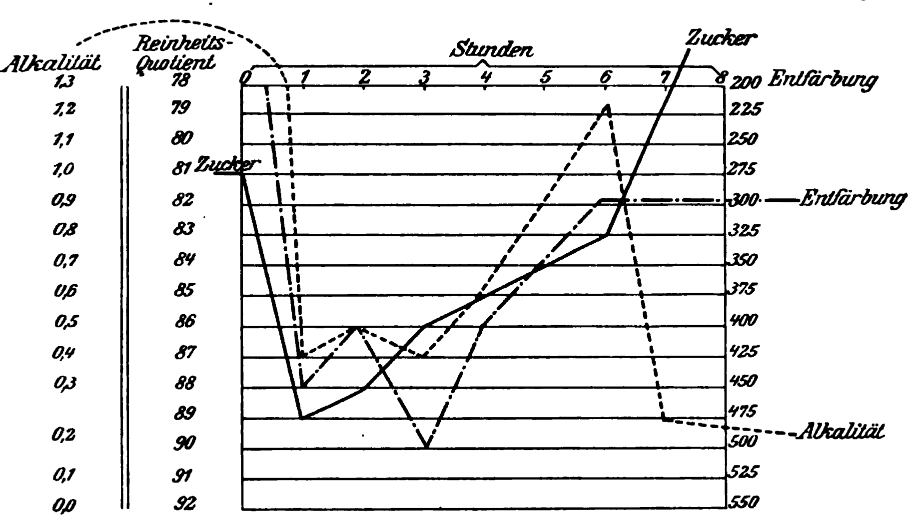


Fig. 96.

auf dieselben. Nur soll man sich einfach damit begnügen, den Sulfitschwefel nur als solchen anzugeben.

Neben der Entfärbungskraft besitzt die Knochenkohle ein aufserordentlich starkes Absorptionsvermögen für die verschiedensten gelösten Stoffe. Beides wird sehr gut durch die von Walkhoff gegebene graphische Darstellung (Fig. 96) veranschaulicht, in welcher die horizontalen die Stunden, die vertikalen Linien aber das Verhältnis von Zucker, Alkalität und Entfärbung, auf Trockensubstanz bezogen, angeben.

Die Absorption ist nicht für alle Substanzen dieselbe, doch mufs zum näheren Studium dieser höchst interessanten Erscheinungen auf Spezialwerke[1]) verwiesen werden, da ein näheres Eingehen hier über den Rahmen des Werkes hinausgehen würde.

[1]) Stammer, Handbuch.

Eine gute Knochenkohle soll eine matte schwarze Farbe haben. Bringt man die Kohle an die Zunge, so soll sie sich daran festsaugen. Glänzende oder glasartig aussehende Kohle, sowie eine solche von bräunlicher oder rötlicher Farbe ist zu verwerfen. Die Verkohlung ist in derartigen Kohlen keine vollkommene gewesen. Zeigt die Kohle ein graues oder blaugraues Aussehen, so ist sie zu stark oder bei Luftzutritt gebrannt worden. Diese Färbungen zeigen einen Mangel von Kohlenstoff an.

Selbstverständlich mufs eine Kohle auch eine gewisse Härte besitzen, damit sie sich nicht zu schnell bei der Wiederbelebung abnutzt.

Bei der chemischen Untersuchung der Knochenkohle werden gewöhnlich Kohlenstoff, kohlensaurer Kalk, schwefelsaurer Kalk, Sulfitschwefel, Entfärbungsvermögen und bei schon benutzter Kohle der Zuckergehalt festgestellt.

Bei einer Kohle ist auch noch der Gehalt an Unlöslichem, Sand und Ton zu beachten.

Die aus dem Fabrikbetriebe entfernte Kohle, welche ein wertvolles Düngemittel darstellt, wird hauptsächlich auf ihren Gehalt an Phosphorsäure untersucht.

Probenahme.

Auch hier, wie überall bei einem nicht einheitlichen Material, ist bei einer Probenahme zu beachten, dafs das gezogene Muster auch der wirklichen Beschaffenheit der ganzen Partie entspricht. Die Probe darf nicht nur von einem Sacke oder von einer Stelle eines Haufens genommen werden, sondern mufs, wenn sich die Kohle in Säcken befindet, aus einer möglichst grofsen Anzahl von Säcken gezogen werden. Ist die Kohle zu einem Haufen aufgeschüttet, so mufs von den verschiedensten Stellen Probe entnommen werden. Will man die Kohle dann untersuchen, wenn sie aus dem Filter kommt, so nimmt man, solange erstere aus dem Filter läuft, in kürzeren Zwischenräumen eine gröfsere Durchschnittsprobe heraus.

Das so auf die eine oder die andere Weise erhaltene grofse Muster wird nun sorgfältigst durcheinander gemischt und dann erst hiervon die zur Analyse erforderliche Menge entnommen.

Da neue Kohle mit grofser Begierde Wasser anzieht und Betriebskohle je nach den Verhältnissen mehr oder weniger grofse Mengen Wasser enthält, so trocknet man die Probe im Trockenschranke und zwar am besten im Vakuumschranke bis zu konstantem Gewicht.

Die trockene Kohle wird vermittelst einer kleinen Handmühle zu einem feinen Pulver vermahlen und in einer gut schliefsenden Flasche aufbewahrt.

Gleichzeitig hiermit trocknet man eine genau ausgewogene kleinere Menge der ursprünglichen Kohle und bestimmt den Wassergehalt quantitativ.

Die Ergebnisse der Analyse werden am besten auf trockene Sustanz bezogen und der Wassergehalt besonders angegeben.

— — —

Wasserbestimmung.

Zur Wasserbestimmung wägt man 10 bis 15 g nicht pulverisierte Knochenkohle in einem Wägegläschen ab und trocknet im Trockenschranke bei 105—110° C. bis zur Gewichtskonstanz. Es ist hierbei zu beachten, dafs, sowie das Gläschen aus dem Schranke genommen wird, es auch mit dem Glasstopfen verschlossen werden mufs.

Liegt die Kohle in sehr grober Körnung zur Untersuchung vor, so zerstöfst man sie im Mörser vor der Wasserbestimmung zu einer etwa 3—4 mm betragenden Korngröfse, worauf man alles in das Wägegläschen schüttet und zur Bestimmung verwendet.

Spezifisches Gewicht.

1. Scheinbares spezifisches Gewicht.

Das scheinbare spezifische Gewicht ist weiter nichts als ein einfacher Vergleich zwischen dem Gewicht eines bestimmten Volumens Wasser und dem des gleichen Volumens Knochenkohle.

Man führt die Bestimmung so aus, dafs man eine gewogene Halbliterflasche lose mit der Knochenkohle anfüllt, wiederum wägt und aus der Differenz beider Wägungen das Gewicht der Kohle ermittelt. Dividiert man letzteres durch das Gewicht des Wassers, so erhält man das scheinbare spezifische Gewicht der Kohle.

In roher, aber für manche Zwecke vollkommen genügender Weise kann man das scheinbare spezifische Gewicht mit einer gröfseren Probe feststellen, indem man anstatt des 500 ccm-Kolbens ein Hektolitermafs verwendet. Die Berechnung erfolgt auf dieselbe Weise.

2. Wirkliches spezifisches Gewicht.

In einen gewogenen 100 ccm-Kolben bringt man zuerst etwas Wasser und darauf eine gewogene Menge Kohle, ca. 50 g, hinein. Man kann auch

so verfahren, dafs man eine beliebige, ca. 50 g betragende Menge Knochenkohle in dem trockenen Kolben auswiegt und dann so viel Wasser hinzufügt, dafs die Kohle vollständig davon bedeckt ist. Darauf erhitzt man einige Zeit im kochenden Wasserbade, um die Luft auszutreiben, und füllt nach dem Erkalten mit Wasser zur Marke auf. Hierauf wägt man den Kolben + Inhalt.

Beispiel.

Kohle + Wasser + Flasche	=	180 g
Kohle (50 g) + Flasche (55 g) . . .	=	105 „
Wasser	=	75 g.

Da der Kolben 100 ccm fafst und das Gewicht des vorhandenen Wassers zu 75 g ermittelt wurde, so sind 25 g Wasser durch 50 g Kohle ersetzt worden.

Das spezifische Gewicht der Kohle beträgt also:

$$\frac{50}{25} = 2{,}000 \text{ spezifisches Gewicht.}$$

Da das wirkliche spezifische Gewicht einer Kohle von deren Porosität abhängt, so ist unter sonst gleichen Verhältnissen die Kohle die schlechtere, welche ein höheres spezifisches Gewicht zeigt.

Kohlenstoff, Sand und Ton.

Zur Bestimmung der in Salzsäure unlöslichen Bestandteile der Knochenkohle: Kohlenstoff, Sand und Ton, wägt man 10 g der fein gemahlenen, getrockneten Kohle ab und bringt diese Menge in ein Becherglas von ca. 250—300 ccm Inhalt. Letzteres bedeckt man zweckmäfsig mit einem gröfseren Uhrglase, um einerseits einen Verlust durch Verstauben und andererseits durch bei der späteren Behandlung mit Salzsäure mögliches Verspritzen zu vermeiden. Darauf feuchtet man die Kohle mit etwas warmem Wasser an und setzt 50 ccm reine konzentrierte Salzsäure hinzu. Sobald die erste stürmische Kohlensäureentwicklung vorüber ist, kocht man die Lösung etwa 15 Minuten lang bei bedecktem Glase. Nachdem einigermafsen abgekühlt ist, spritzt man die am Uhrglase haftenden Anteile in das Glas und filtriert durch ein gewogenes quantitatives Filter, welches so lange mit kochendem Wasser ausgewaschen wird, bis in dem Filtrat kein Chlor nachzuweisen ist. Nun läfst man gut ablaufen, deckt mit starkem Alkohol, um das Wasser auszutreiben, und wäscht darauf mit Äther nach, um den Alkohol zu entfernen.

Das Filter mit Inhalt bringt man in das Wägegläschen zurück und trocknet nun im Trockenschrank bei 110° C. bis zur Gewichtskonstanz, d. h. bis zwei aufeinanderfolgende Wägungen, zwischen denen das Filter noch einmal eine $^1/_2$ Stunde im Trockenschranke nachgetrocknet wurde, nur einen ganz unbedeutenden, 0,005 g nicht überschreitenden Unterschied aufweisen.

Nun verbrennt man das Filter in einem gewogenen Platintiegel und erhitzt mit starker Flamme so lange, bis sämtlicher Kohlenstoff verbrannt ist. Um das Verbrennen zu beschleunigen, stellt man den Tiegel schief und legt den Deckel so ein, dafs der Griff desselben in den Tiegel hineinragt. Hierdurch erzielt man eine bessere Luftzirkulation und dadurch ein schnelleres Verbrennen des Rückstandes.

Mit grofsem Vorteil bedient man sich bei dieser Verbrennung des komprimierten Sauerstoffes, wodurch man die Verbrennungszeit ganz bedeutend verkürzt.

Man legt zu diesem Zwecke auf den Platintiegel einen durchlochten Deckel von einem Rose'schen Tiegelchen und leitet das Gas langsam durch ein Rose'sches Porzellanröhrchen auf den Rückstand. Die Verbrennung geht, wie gesagt, sehr schnell vor sich, und ihre Beendigung erkennt man daran, dafs der Rückstand beim Aufleiten des Sauerstoffs nicht mehr aufglüht.

Nun läfst man Tiegel und Deckel im Exsikkator erkalten und wägt.

Das Gewicht des Rückstandes im Tiegel gibt, mit 10 multipliziert, den Prozentgehalt an Sand und Ton.

Die Berechnung mag folgendes Beispiel erläutern.

Wägeglas + Filter + Rückstand . .	= 53,7896
Wägeglas	= 53,1357
Gesamt-Rückstand	= 0,6539
Platintiegel + Glührückstand . . .	= 20,7954
Platintiegel	= 20,7268
Glührückstand = Sand und Thon	= 0,0686
Gesamt-Rückstand	= 0,6539
Sand und Thon	= 0.0686
Kohlenstoff	= 0,5853

Da zur Bestimmung 10 g verwendet wurden, so gibt die Multiplikation mit 10 den Prozentgehalt.

Kohlenstoff	= 5,85 %.
Sand und Thon	= 0,68 „

Kohlensaurer Kalk.

Durch die Absorptionsfähigkeit der Knochenkohle nimmt dieselbe Kalk aus den Säften auf, wodurch ihre Poren verstopft werden. Da heutzutage die Knochenkohle fast ausschliefslich in Raffinerien angewandt wird, wo ja nur die Filtration von sehr schwach alkalischen Säften in Frage kommt, so spielt die Entkalkung der Kohle nicht mehr die grofse Rolle in der Technik, wie früher, wo die Rohsäfte nach der Saturation noch über Knochenkohle gingen, in welcher dann der gröfste Teil des gelöst gebliebenen Kalkes verblieb.

Da bei der Wiederbelebung der Kohle auch der überschüssige Kalk entfernt werden mufs, um die Poren zu reinigen, so mufs der Gehalt an kohlensaurem Kalk fortwährend bestimmt werden, um danach den Zusatz der Salzsäure ermessen zu können.

Die Ermittelung des Kalkes erfolgt am besten vermittelst des Scheibler'schen Apparates zur Bestimmung des kohlensauren Kalziums in der Knochenkohle (Fig. 97), welcher aus folgenden Teilen besteht:

Flasche *A* ist das Kohlensäure-Entwicklungsgefäfs, in welchem die feingepulverte Kohle mit der im Guttaperchazylinder *S* befindlichen Salzsäure zusammengebracht wird. Die sich entwickelnde Kohlensäure tritt durch das in den Stöpsel eingekittete Glasrohr und den daran befestigten Kautschukschlauch *r* in eine dünne Gummiblase, welche, dicht mit dem Ende des Schlauches verbunden, sich in Flasche *B* befindet.

Diese Flasche *B* ist dreifach tubuliert; der eine Tubus trägt die Verbindung *r* mit dem Entwicklungsgefäfse, der zweite führt mittelst des Rohres *u u* zu dem graduierten Rohre *C*, der dritte, durch ein kurzes, mit dem Quetschhahn *q* versehenes Gummirohr verschlossen, vermittelt die Verbindung mit der äufseren Luft.

Die in 25 Grade eingeteilte Gasmefsröhre *C* bildet durch die untere Verbindung ein kommunizierendes Gefäfs mit dem Gasdruckkontrollrohre *D*, welches zugleich am unteren Ende noch eine vermittelst des Quetschhahnes *p* verschliefsbare Abflufsröhre enthält, die bis auf den Boden des zweihalsigen Wasserbehälters *E* hinabreicht. Durch Einblasen von Luft vermittelst des Gummiballes *v* kann man bei geöffnetem Quetschhahn *p* das in *E* enthaltene Wasser nach *C* und *D* emportreiben, andererseits kann dasselbe durch Öffnen von *p* nach *E* abgelassen werden. Zur notwendigen Beobachtung der Temperatur während der Versuche befindet sich am Apparate aufserdem ein Thermometer.

Die Ausführung der Kohlensäurebestimmung mit dem beschriebenen Apparate geschieht in folgender Weise: Man wägt auf einem Tarierblech von der getrockneten, für diese Bestimmung besonders fein zerriebenen

Kohle das dem Apparate beigegebene Normalgewicht (1,7 g) ab und bringt dasselbe in das vollkommen ausgetrocknete Gasentwicklungsgefäfs *A*. Hierauf füllt man das Guttaperchagefäfs *S* mit Salzsäure von 1,12 spezifischem

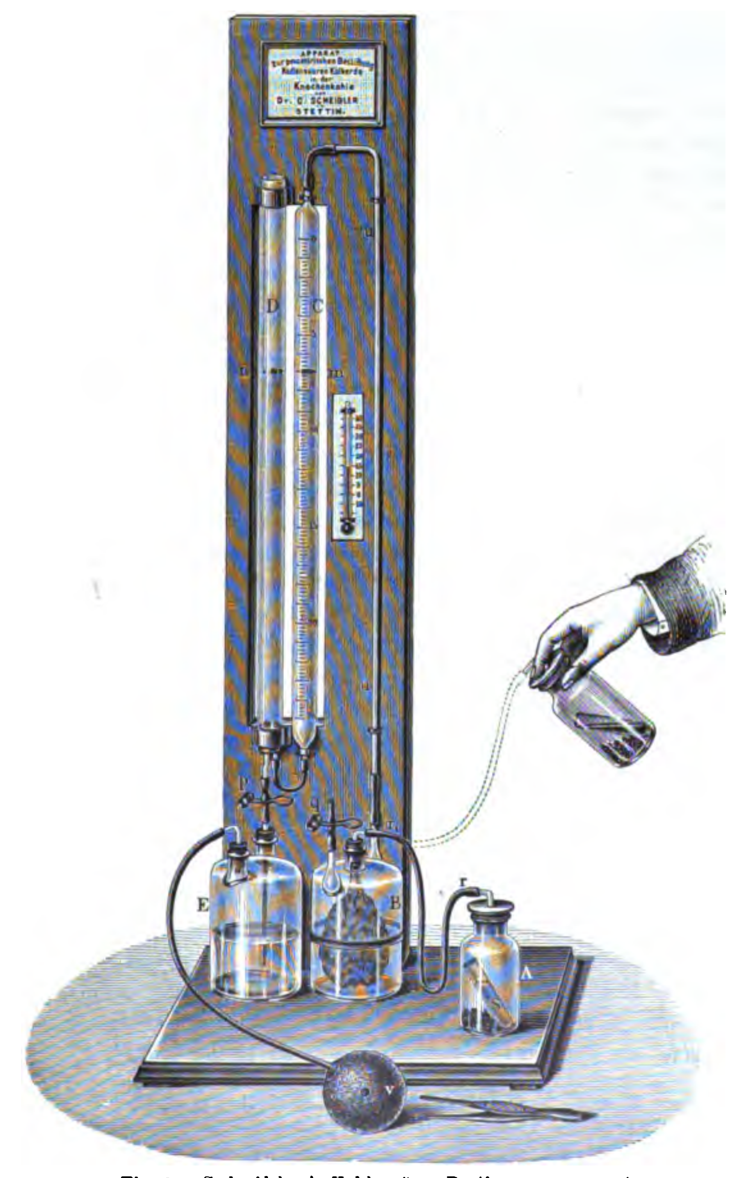


Fig. 97. Scheibler's Kohlensäure-Bestimmungsapparat.

Gewicht (es genügt zu dem Zwecke, 2 Volumen konzentrierte Salzsäure mit 1 Volumen Wasser zu verdünnen) und stellt dasselbe vorsichtig mittelst einer Pinzette oder Tiegelzange aufrecht, an die Glaswand gelehnt. in *A* hinein.

Nachdem durch den Druck auf den kleinen hohlen Gummiballon *v* und gleichzeitiges Öffnen des Quetschhahnes *p* der Wasserstand in *C* bis auf den Nullpunkt gehoben und sorgfältig eingestellt worden ist, wird *A* mit dem Glasstöpsel, welcher des sicheren Verschlusses halber mit Talg reichlich bestrichen ist, fest verschlossen. Die hierdurch verursachte Pression der eingeschlossenen Luft und die Verschiebung des Flüssigkeitsstandes in *C* und *D* wird durch ein einmaliges Öffnen des Quetschhahnes *q* reguliert und aufgehoben.

Nachdem man in dieser Weise den Apparat eingestellt hat, faſst man das Gefäſs *A* mit dem Daumen und Mittelfinger der rechten Hand am Halse, während der Zeigefinger den Glasstöpsel hält, und gibt der Flasche eine schräge Stellung, so daſs die in dem Kautschukgefäſs befindliche Salzsäure ausflieſsen kann. Der aufgenommene, sowie der ursprünglich der Kohle zugehörige kohlensaure Kalk wird hierdurch unter lebhafter Entwicklung von Kohlensäure sofort zersetzt, was man durch fortwährendes vorsichtiges Schütteln der Flasche *A* unterstützt und beschleunigt. Gleichzeitig, während man mit der rechten Hand in vorstehender Weise verfährt, öffnet man mit der linken den Quetschhahn *p* und läſst allmählich so viel Wasser nach *E* ab, als notwendig ist, um das Niveau in den Röhren *C* und *D* auf etwa gleicher Höhe (in *D* stets etwas höher) zu halten.

Nachdem die Gasentwicklung vollendet, d. h. wenn durch längeres Schütteln des Gefäſses *A* ein Sinken in *C* nicht mehr bewirkt wird, so ist der Versuch als beendigt zu betrachten. Man stellt nunmehr das Wasser in *C* und *D* durch vorsichtiges Öffnen des Quetschhahnes *p* genau in gleiche Höhe *mn*, liest den Stand des Wassers an der Skala der Röhre *C*, sowie die Temperatur ab und findet mittelst dieser beiden Zahlen den gesuchten Prozentgehalt.

Scheibler hat nämlich den Apparat so eingerichtet, daſs mit Hilfe der folgenden Tabelle die bei den verschiedenen Temperaturen abgelesenen Zahlen sofort und ohne weitere Rechnung in Prozente kohlensauren Kalkes umgesetzt werden. Die Tabelle XV enthält in der ersten Spalte die abgelesenen Raumteile von 1—25 und denselben entsprechend für die verschiedenen Temperaturen, wie sie das Thermometer am Instrument gezeigt hat, die Prozente kohlensauren Kalkes in der Kohle.

(Tabelle XV siehe S. 373.)

Hat man z. B. bei 22° an der graduierten Röhre 9,5 abgelesen, dann ergibt die Tabelle für

Tabelle XV.

Tabelle zur Ermittelung des kohlensauren Kalziums in der Knochenkohle aus dem Kohlensäurevolumen unter Berücksichtigung der Temperaturen von 12—30° C. Nach Scheibler.

Abgelesenes Volumen	Bei den Temperaturen (nach Grad C.)																		
	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
1	0,80	0,80	0,79	0,79	0,79	0,78	0,78	0,77	0,77	0,77	0,76	0,76	0,76	0,75	0,75	0,74	0,74	0,73	0,73
2	1,88	1,87	1,86	1,86	1,85	1,84	1,83	1,82	1,81	1,80	1,79	1,79	1,78	1,77	1,76	1,75	1,74	1,73	1,72
3	2,95	2,94	2,92	2,91	2,90	2,89	2,87	2,86	2,85	2,83	2,82	2,80	2,79	2,77	2,76	2,74	2,73	2,72	2,71
4	4,01	4,00	3,98	3,96	3,94	3,93	3,91	3,89	3,87	3,85	3,83	3,81	3,79	3,77	3,75	3,73	3,71	3,70	3,68
5	5,07	5,05	5,03	5,00	4,98	4,96	4,93	4,91	4,89	4,86	4,84	4,81	4,79	4,76	4,74	4,71	4,69	4,67	4,65
6	6,11	6,09	6,06	6,03	6,01	5,98	5,95	5,92	5,89	5,86	5,83	5,81	5,78	5,75	5,71	5,68	5,65	5,63	5,61
7	7,14	7,12	7,09	7,06	7,02	6,99	6,96	6,92	6,89	6,86	6,82	6,79	6,75	6,72	6,68	6,65	6,61	6,58	6,56
8	8,17	8,14	8,11	8,07	8,03	8,00	7,96	7,92	7,88	7,84	7,80	7,76	7,72	7,68	7,64	7,60	7,56	7,53	7,49
9	9,19	9,16	9,12	9,07	9,03	8,99	8,95	8,90	8,86	8,82	8,77	8,73	8,68	8,64	8,59	8,55	8,50	8,46	8,42
10	10,20	10,16	10,12	10,07	10,02	9,98	9,93	9,88	9,83	9,79	9,73	9,68	9,63	9,58	9,53	9,48	9,43	9,39	9,34
11	11,20	11,15	11,10	11,05	11,00	10,95	10,89	10,84	10,79	10,74	10,68	10,63	10,57	10,52	10,46	10,41	10,35	10,30	10,25
12	12,20	12,15	12,09	12,03	11,98	11,92	11,87	11,81	11,75	11,69	11,64	11,58	11,52	11,46	11,40	11,33	11,27	11,22	11,16
13	13,20	13,14	13,08	13,02	12,96	12,90	12,84	12,78	12,72	12,65	12,59	12,53	12,46	12,40	12,33	12,26	12,20	12,14	12,07
14	14,20	14,14	14,07	14,01	13,94	13,88	13,81	13,75	13,68	13,61	13,54	13,48	13,41	13,34	13,26	13,19	13,12	13,05	12,99
15	15,20	15,13	15,06	14,97	14,92	14,85	14,78	14,71	14,64	14,57	14,50	14,42	14,35	14,27	14,20	14,12	14,04	13,97	13,90
16	16,20	16,13	16,05	15,98	15,91	15,83	15,76	15,68	15,61	15,53	15,45	15,37	15,29	15,21	15,13	15,05	14,97	14,89	14,81
17	17,20	17,12	17,04	16,97	16,89	16,81	16,73	16,66	16,57	16,49	16,41	16,32	16,24	16,15	16,07	15,98	15,89	15,81	15,72
18	18,20	18,12	18,03	17,95	17,87	17,79	17,70	17,62	17,53	17,45	17,36	17,27	17,18	17,09	17,00	16,91	16,82	16,73	16,63
19	19,20	19,11	19,03	18,94	18,85	18,76	18,67	18,59	18,50	18,40	18,31	18,22	18,13	18,03	17,94	17,84	17,74	17,64	17,55
20	20,20	20,11	20,02	19,93	19,83	19,74	19,65	19,55	19,46	19,36	19,27	19,17	19,07	18,97	18,87	18,77	18,66	18,56	18,46
21	21,20	21,10	21,01	20,91	20,81	20,72	20,62	20,52	20,42	20,32	20,22	20,12	20,01	19,91	19,80	19,70	19,59	19,48	19,37
22	22,20	22,10	22,00	21,90	21,80	21,70	21,59	21,49	21,39	21,28	21,17	21,07	20,96	20,85	20,74	20,63	20,51	20,40	20,28
23	23,20	23,09	22,99	22,88	22,78	22,67	22,56	22,46	22,35	22,24	22,13	22,02	21,90	21,79	21,67	21,55	21,44	21,31	21,20
24	24,20	24,09	23,98	23,87	23,76	23,65	23,54	23,43	23,31	23,20	23,08	22,97	22,85	22,73	22,61	22,48	22,36	22,23	22,11
25	25,20	25,08	24,97	24,86	24,74	24,63	24,51	24,39	24,28	24,16	24,04	23,91	23,79	23,67	23,54	23,41	23,28	23,15	23,02

9,0°	die Zahl	8,77
0,5°	„ „	0,48
	zusammen	9,25 %

als den Kalkgehalt der Kohle.

Scheibler berechnete ferner eine Tabelle, welche leicht die Ermittlung derjenigen Menge Salzsäure gestattet, welche zur Entfernung einer bestimmten Menge kohlensauren Kalkes erforderlich ist.

(Hierher Tabelle XVI, S. 375.)

Der normale Gehalt der Knochenkohle an kohlensaurem Kalzium beträgt im Mittel 6—7 Prozent.

Sind z. B. 8,17 Prozent Kalziumkarbonat in einer Knochenkohle gefunden worden, so sind 8,17 — 7,00 = 1,17 Prozent durch Salzsäure zu entfernen, um ein „normales Verhältnis" z. B. von 7 Prozent wieder herzustellen. Bei Anwendung einer Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1,171 oder 21° Bé. findet man aus der Tabelle:

1,00 Teil $CaCO_3$ . . .	= 2,1534	Teile Salzsäure von 21° Bé.
0,10 „ „ . . .	= 0,2153	„ „ „ 21° „
0,07 „ „ . . .	= 0,1507	„ „ „ 21° „
Es sind erforderlich	= 2,5194	Teile Salzsäure von 21° Bé.

Soll aber der 1,17 Prozent betragende Überschufs an Kalziumkarbonat beseitigt werden, so sind pro 100 kg 2,52 kg Salzsäure von 21° Bé. erforderlich.

Schwefelsaures Kalzium, Gips.

Die Bestimmung des Kalziumsulfates erfolgt in der Weise, dafs letzteres durch Kochen mit Salzsäure gelöst wird und darauf durch Zusatz von Chlorbaryumlösung als Baryumsulfat gefällt und gewogen wird. Durch Umrechnung erfährt man dann den Gipsgehalt.

25 g des feinen trockenen Kohlenpulvers werden in einem hohen, mit einem Uhrglas bedeckten Becherglase mit etwas Wasser durchfeuchtet und darauf 100 ccm konzentrierte Salzsäure hinzugesetzt.

Nachdem die heftige Gasentwicklung beendet ist, erwärmt man die Lösung bis zum Kochen und erhält sie darin ungefähr eine Viertelstunde.

Nun bringt man alles verlustlos in einen 250 ccm-Kolben, kühlt auf Normaltemperatur ab und füllt zur Marke auf. Der gut durchgemischte Inhalt des Kolbens wird durch ein trockenes bedecktes Filter filtriert und in 200 ccm des Filtrates die Schwefelsäure durch Chlorbaryum ausgefällt.

Tabelle XVI.

Tabelle zur Berechnung der zur Entkalkung der Knochenkohle erforderlichen Salzsäure. Nach Scheibler.

Grade Beaumé	Spez. Gewicht bei 15° C.	HCl in %	Löst % $CaCO_3$	Erforderliche Salzsäuremengen zur Auflösung von 1—9 Teilen $CaCO_3$								
				1	2	3	4	5	6	7	8	9
25	1,210	42,4	58,088	1,7217	3,4434	5,1651	6,8868	8,6085	10,3302	12,0519	13,7736	15,4953
24,5	1,205	41,2	56,444	1,7718	3,5437	5,3155	7,0874	8,8592	10,6310	12,4029	14,1747	15,9466
24	1,199	39,8	54,526	1,8342	3,6683	5,5025	7,3367	9,1709	11,0050	12,8392	14,6734	16,5075
23,5	1,195	39,0	53,430	1,8718	3,7436	5,6154	7,4872	9,3590	11,2308	13,1026	15,0744	16,8462
23	1,190	37,9	51,923	1,9261	3,8522	5,7784	7,7045	9,6306	11,5567	13,4828	15,4090	17,3351
22,5	1,185	36,8	50,416	1,9837	3,9674	5,9511	7,9348	9,9185	11,9022	13,8859	15,8696	17,8533
22	1,180	35,7	48,909	2,0448	4,0896	6,1344	8,1792	10,2240	12,2688	14,3136	16,3584	18,4032
21,5	1,175	34,7	47,539	2,1037	4,2075	6,3112	8,4150	10,5187	12,6224	14,7662	16,8299	18,9337
21	1,171	33,9	46,443	2,1534	4,3068	6,4602	8,6136	10,7670	12.9204	15,0738	17,2272	19,3806
20,5	1,166	33,0	45,210	2,2121	4,4242	6,6363	8,8484	11,0605	13,2726	15,4847	17,6968	19,9089
20	1,161	32,0	43,840	2,2813	4,5625	6,8438	9,1250	11,4063	13,6875	15,9688	18,2500	20,5313
19,5	1,157	31,2	42,744	2,3397	4,6795	7,0192	9,3590	11,6987	14,0384	16,3782	18,7179	21,0577
19	1,152	30,2	41,374	2,4172	4,8344	7,2527	9,6689	12,0861	14,5033	16,9205	19,3378	21,7550
18	1,143	28.4	38,908	2,5704	5,1408	7,7113	10,2817	12,8521	15,4225	17,9929	20,5634	23,1338
17	1,134	26,6	36,442	2,7444	5,4887	8,2331	10,9774	13,7218	16,4662	19,2105	21,9549	24,6992
16	1,125	24,8	33,976	2,9436	5,8871	8,8307	11,7742	14,7178	17,6613	20,6049	23,5484	26,4920
15	1,116	23,1	31,647	3,1602	6,3203	9,4805	12,6407	15,8009	18,9610	22,1212	25,2814	28,4415
14	1,108	21.5	29,455	3,3954	6,7907	10,1861	13,5814	16,9768	20,3721	23,7675	27,1628	30,5582
13	1,100	19,9	27.263	3,6683	7,3367	11,0050	14,6734	18,3417	22,0100	25,6785	29,3467	33,0151

Die Behandlung des Niederschlages erfolgt genau in derselben Weise, wie auf S. 327 angegeben wurde.

Die Menge des geglühten Baryumsulfates wird mit 5 multipliziert und auf schwefelsaures Kalzium umgerechnet, um den gesuchten Prozentgehalt zu erhalten. Faktor siehe Anhang.

Sulfidschwefel.

Der in der Kohle als Sulfidschwefel vorhandene Schwefel entweicht bei der Behandlung der Kohle mit Salzsäure als Schwefelwasserstoff. Es ist dies sowohl bei Gegenwart von Schwefelkalzium als auch von Schwefeleisen der Fall.

Will man sich vergewissern, in welcher Form das Sulfid vorliegt, so übergiefst man eine Probe der Kohle zuerst mit etwas Salzsäure. Ein auftretender Schwefelwasserstoffgeruch deutet sowohl auf CaS, sowie FeS. Übergiefst man nun eine neue Probe mit etwas Essigsäure, so gibt ein etwaiger Schwefelwasserstoffgeruch zu erkennen, dafs das Sulfid Kalziumsulfid ist.[1])

Die quantitative Bestimmung des Sulfidschwefels geschieht folgendermafsen:

25 g der feinen trockenen Kohle werden in einem hohen bedeckten Becherglase mit heifsem Wasser befeuchtet, in welchem etwa 0,5 g chlorsaures Kali aufgelöst war. Nun gibt man nach und nach 100 ccm konzentrierte Salzsäure hinzu und kocht nach der ersten stürmischen Gasentwicklung ca. 15 Minuten, spült dann alles verlustlos in einen 250 ccm-Kolben, kühlt ab, füllt zur Marke auf und fällt in 200 ccm des Filtrates die Schwefelsäure mit Baryumchlorid, welches man in bekannter Weise ausführt und die Schwefelsäure als Baryumsulfat wägt.

Auf diese Weise erhält man die Gesamtmenge des in der Kohle vorhandenen Schwefels. Um nun die Menge des Sulfidschwefels zu bekommen, zieht man von dem Gewichte des Baryumsulfates aus der Gesamtschwefelsäure die Menge des bei der Bestimmung des schwefelsauren Kalziums erhaltenen $BaSO_4$ ab. Die Differenz wird auf Schwefel umgerechnet und als Sulfidschwefel angegeben. Faktoren siehe Anhang.

Ist wirklich Schwefelkalzium vorhanden, so rechnet man die Differenz auf dieses um.

---

[1]) Vereinszeitschrift 1901 (51), 23.

Durch Multiplikation mit 5 erhält man den Prozentgehalt.

Diese Methode, welche bei sehr geringem Gehalte der Kohle an Schwefelkalzium durchaus brauchbare Resultate liefert, leidet jedoch nach Rössing[1]) an dem Fehler, dafs sie bei etwas hohen Beträgen zu falschen Ergebnissen führt und notwendig führen mufs. Bei der Annahme, dafs das Sulfid als Kalziumsulfid vorliegt, benötigt nach der Umsetzungsformel

$$CaS + 4 H_2O + 8 Cl = CaSO_4 + 8 HCl$$

1 Molekül Schwefekalzium, 4 Moleküle Chlor, beziehungsweise 4 Atome Sauerstoff, um 1 Molekül Kalziumsulfat liefern zu können. Wenn nun nicht gleich im ersten Moment der Umsetzung die nötige Menge Chlor vorhanden ist, um völlige Oxydation herbeizuführen, so wird durch die langsam zuzusetzende, wie auch durch die dabei entstehende Salzsäure das noch nicht in Kalziumsulfat umgewandelte Kalziumsulfid je nach den Bedingungen ganz oder zum Teil unter Abgabe von Schwefelwasserstoff, welcher unverändert entweicht, zerlegt.

Ein Zusatz von Chlor- oder Bromwasser an Stelle des Kalziumchlorates und der Salzsäure macht bei grofsen Mengen von Sulfiden die Sache nicht viel besser, da hierbei wieder freier Chlor- oder Bromwasserstoff entsteht, welcher dann einen noch unveränderten Anteil von Sulfiden unter Schwefelwasserstoffentwicklung zersetzt.

Will man also die Oxydation durch Chlor oder Brom beibehalten, was durchaus anzuraten ist, da beide Reagentien rein, d. h. frei von Schwefelsäure zu erhalten und, besonders letzteres, leicht zugänglich sind, so muss freie Säure bis zur völligen Oxydation des Schwefelkalziums ausgeschlossen werden. Nach Rössing geschieht dies leicht durch Zufügung des Broms in alkalischer Lösung nach vorhergegangenem Zusatz von reiner, schwefelsäurefreier Natron- oder Kalilauge.

Nach Rössing verfährt man nun folgendermafsen: Zur Ausführung der Oxydation in alkalischer Lösung werden 25 g Kohle in einer tiefen Porzellanschale mit etwa 10 ccm Wasser und ebensoviel reiner, etwa 25 prozentiger Kalilauge angerührt, hierauf zunächst mit starkem Bromwasser und dann mit so viel reinem Brom versetzt, dafs die Mischung nach sorgfältigem Durchrühren deutlich danach riecht. Hierauf wird zum Sieden erhitzt und langsam Salzsäure in starkem Überschufs zugefügt; nach weiterem kurzen Kochen und Wiedererkalten wird die Mischung in einen 250 ccm-Kolben gespült, aufgefüllt und filtriert.

In 200 ccm des Filtrates wird die Schwefelsäure als Baryumsulfat gefällt. Berechnung wie oben.

---

[1]) Rössing, Zeitschr. f. analyt. Chemie 1902, 610.

Eisen.

In der Knochenkohle ist stets Eisen vorhanden, und zwar sowohl in der Ferro- wie auch Ferriform. Nach den Untersuchungen des Verfassers[1]) ist das Oxydul an Schwefel gebunden, während das Oxyd in freier Form vorliegt.

Will man das Eisen als Gesamteisen bestimmen, so löst man 20 g Knochenkohle in Salzsäure auf, reduziert das Ferrisalz mit einem Stückchen chemisch reinem Zink und titriert mit einer Kaliumpermanganatlösung, deren Titer gegen Eisen eingestellt ist.

Will man Oxyd und Oxydul getrennt bestimmen, so titriert man einmal direkt mit obiger Kaliumpermanganatlösung und zieht das Ergebnis von dem Gesamteisen ab.

Über die Bereitung sowie Titerstellung der Kaliumpermanganatlösung siehe Anhang.

Phosphorsäure.

Die Bestimmung der Phosphorsäure wird wohl kaum in einer Betriebskohle verlangt werden. Der Gehalt der Kohle an Phosphorsäure kommt nur dann in Frage, wenn es sich um die Bewertung der Kohle als Düngemittel handelt. Siehe deshalb unter „Untersuchung der Düngemittel“.

Entfärbungskraft.

Zur Bestimmung der Entfärbungskraft der Knochenkohle bedient man sich des auf S. 163 besprochenen Stammer'schen Farbenmafses.

Die Untersuchung kann entweder im grofsen (im Fabrikbetriebe) oder auch als Laboratoriumsversuch ausgeführt werden.

1. *Im Fabrikbetriebe.* Zu dieser Untersuchung stellt man in einem guten Durchschnittsmuster des unfiltrierten Saftes den Zuckergehalt durch Polarisation fest und bestimmt die Farbe auf 100 Zucker bezogen. Darauf

[1]) Vereinszeitschrift 1901 (51), 23.

werden in einem ebensolchen Durchschnittsmuster des filtrierten Saftes dieselben Bestimmungen vorgenommen. Die Differenz beider auf 100 Zucker bezogenen Farben gibt die Entfärbung durch die Kohle an.

Man kann aber, obwohl weniger genau, mit Umgehung der Zuckerbestimmung auch die Flüssigkeiten, deren Farbe man feststellt, einfach auf Aräometeranzeige bringen. Die abgelesenen Farben werden dann direkt miteinander verglichen.

2. *Im Laboratorium.* 200—250 g eines dunklen Nachproduktes, am besten einer Melasse, werden zu 1 l aufgelöst und die Farbe der Lösung bestimmt.

Von der zu prüfenden Kohle werden 100 g in einer Porzellanschale mit 400 ccm der Melasselösung übergossen und das Gesamtgewicht bestimmt. Der Inhalt der Schale wird darauf zum Sieden erhitzt und 5 Minuten im Kochen erhalten. Nachdem der Schaleninhalt vollständig erkaltet ist, bringt man die Schale wieder auf die Wage und stellt durch Hinzufügen von kaltem Wasser das ursprüngliche Gewicht wieder her.

Nun wird gut gemischt, filtriert und im Filtrat die Farbe bestimmt. Die Differenz beider Bestimmungen gibt die durch die Kohle bewirkte Entfärbung an, welche man auf 100 der ursprünglichen Farbe berechnet.

Beispiel. 200 g Melasse wurden zu einem Liter gelöst und zeigten eine Farbe von 26,7. Nach vorgenommener Behandlung mit Kohle wurde wiederum die Farbenintensität gemessen und zu 5,8 bestimmt. Die Kohle bewirkte also eine Entfärbung von

$$26{,}7 - 5{,}8 = 20{,}9.$$

Die Berechnung auf 100 der ursprünglichen Farbe erfolgt nach dem Ansatze

$$26{,}7 : 20{,}9 = 100 : x; \qquad x = 78{,}26\ {}^0/_0.$$

Zuckergehalt der Betriebskohle.

Nach dem Absüſsen der Filter befindet sich in der Kohle stets noch eine gewisse Menge Zucker, auf dessen Wiedergewinnung man verzichtet. Im Interesse der Zuckerverluste ist es jedoch wünschenswert, diese Zuckermenge zu bestimmen.

Hierzu arbeitet man folgendermaſsen:

Man bestimmt in einer guten Durchschnittsprobe der nassen Kohle den Wassergehalt und laugt 100 g der Kohle vier- bis fünfmal durch je

10 Minuten langes Kochen mit je 150—200 ccm Wasser aus. Die Filtrate vereinigt man und dampft sie unter Zusatz einiger Tropfen Sodalösung in einer flachen Schale bis auf 70—80 ccm ein. Diese bringt man in ein 100-Kölbchen, spült sorgfältig nach, neutralisiert mit einigen Tropfen Essigsäure (Phenolphtaleïn), fügt Bleiessig hinzu und verfährt in bekannter Weise.

Der im 200 mm-Rohr ermittelte Drehungsbetrag wird mit 0,26 multipliziert und ergibt so den Prozentgehalt der feuchten Kohle an Zucker.

Mit Hilfe der Wasserbestimmung rechnet man dann auf Prozente Zucker in trockener Kohle um.

Brennmaterialien.

Die grofse Bedeutung, welche die Brennmaterialien für die Ökonomie eines industriellen Werkes haben, sowie der Wunsch, aus denselben einen möglichst hohen Nutzeffekt zu erzielen, veranlafste die Techniker, sich eingehend mit den Heizmaterialien zu beschäftigen, um womöglich durch Vorproben oder Analysen die für die bestimmten Zwecke sich am besten eignenden herauszusuchen und auf diese Weise zu versuchen, den Nutzeffekt der Feurungsanlagen bis an die Grenze des Erreichbaren zu erhöhen.

Im gewöhnlichen Leben versteht man im engeren Sinne unter Brennmaterialien: Holz, Torf, Braunkohlen und Steinkohlen, sowie deren Entgasungsrückstände: Holzkohle, Grude und Koks.

Da die Zusammensetzung des Holzes wenig schwankt,[1]) so werden selten Untersuchungen derselben als Brennstoff ausgeführt oder die ganze Untersuchung beschränkt sich auf eine Wasserbestimmung.

Aber schon der Torf zeigt nicht allein im Wassergehalt, sondern auch in der Aschenmenge, sowie in der chemischen Zusammensetzung der eigentlichen Torfsubstanz[2]) und ferner im Brennwerte ganz bedeutende Schwankungen. Im grofsen und ganzen ist der Torf als Feuerungsmaterial für die Industrie noch nicht zu sehr grofser Wichtigkeit geworden; es hat aber den Anschein, als wenn die rastlos arbeitende Torfindustrie namentlich durch Herstellung von Prefstorf mehr und mehr Fortschritte auf dem Markte machen wird.

Die Untersuchungen des Torfes werden wesentlich ebenso ausgeführt, als wie es bei den Kohlen beschrieben ist.

Alle Brenn- und Heizstoffe bestehen im wesentlichen aus Kohlenstoff, Wasserstoff und Sauerstoff mit geringen Mengen Stickstoff und wechselnden Anteilen von mineralischen, unverbrennbaren Substanzen, der Asche.

Weiter enthalten alle eine gewisse Feuchtigkeit, sowie ferner die Braun- und Steinkohlen fast stets Schwefelverbindungen als sehr unwillkommene Zugabe.

---

[1]) Ferd. Fischer, Chemische Technologie der Brennstoffe Bd. I, 424 u. 545.
[2]) loc. cit. 438, 546.



Die Untersuchung der Brennmaterialien erstreckt sich also auf folgende Bestimmungen:

Feuchtigkeit,
Asche,
Schwefel,
Kohlenstoff und Wasserstoff,
Brennwert.

Probenahme.

Wie schon mehrfach früher angedeutet, ist bei einer chemischen Untersuchung einer nicht einheitlichen Substanz das Resultat ganz von einer zweckentsprechenden Probe abhängig; eine falsche Probe macht jede Analyse von vornherein wertlos.

Es ist bei der Probenahme zu berücksichtigen, dafs die Zusammensetzung der Kohle einiger Gruben bedeutend schwankt.

Ferd. Fischer[1]) fand in einem etwa 5 kg schweren Stück Deisterkohle an verschiedenen Stellen 4—31 Prozent Asche, in 24 Proben einer Kohle von der Zeche „Unser Fritz" dagegen nur 1,1—7,8 Prozent Asche.

Bei Förderkohlen enthält oft der Grus einen anderen Aschengehalt als die Stücke, weshalb bei der Probenahme von beiden Sorten entsprechende Mengen genommen werden müssen.

Soll z. B. bei einem Heizversuche innerhalb einer gewissen Anzahl Stunden von der benutzten Kohle eine Durchschnittsprobe genommen werden, so nimmt man aus jeder neuen Last der Kohle eine Schaufel voll heraus und wirft die Kohlen in eine mit Deckel versehene Kiste. Ist die Entnahme des Materials beendet, so zerschlägt man die Kohlen, breitet sie auf einer ebenen Fläche quadratisch aus und teilt das Quadrat durch die Diagonalen in 4 gleiche Teile. Zwei einander gegenüberliegende Dreiecke werden beseitigt, der Rest wird gemischt, weiter zerkleinert und wieder im Quadrat ausgebreitet, geteilt und 2 Dreiecke beseitigt. Dann fährt man so lange in gleicher Weise fort, bis eine etwa 2 kg wiegende Menge zurück bleibt, welche sofort in eine gut schliefsende Flasche gefüllt wird.

Will man ganz genaue Untersuchungen ausführen, so empfiehlt es sich, auch die beseitigte erste Hälfte auf dieselbe Weise zu zerkleinern.

Beide Proben sind dann getrennt voneinander zu untersuchen.

---

[1]) Fischer's Jahresbericht 1894, 7.

Mit dieser Probenahme ist schon eine Verminderung des Wassergehaltes verbunden. Will man letzteren feststellen, so nimmt man von Zeit zu Zeit kleinere Durchschnittsproben von ca. 50 g, welche man in gewogene Wägegläschen mit Glasstopfen füllt und in diesen Proben die Feuchtigkeit bestimmt.

Für die Ausführung der Untersuchungen im Laboratorium werden die Proben zuerst zerstofsen, worauf sie gut durchgemischt werden.

Von diesem groben Pulver werden ungefähr 200 g fein zerrieben, wobei zu beachten ist, dafs etwaige schwerer zu zerkleinernde Stücke nicht etwa beseitigt werden dürfen, sondern in der Probe nach staubfeinem Pulverisieren verbleiben müssen.

Wasserbestimmung.

Da viele Brennstoffe sich beim Erwärmen an der Luft langsam oxydieren, so darf die Wasserbestimmung nicht in offenen Trockenschälchen ausgeführt werden.

Am besten erwärmt man 5—10 g des zu untersuchenden Brennstoffes zwischen zwei Uhrgläsern oder in einem Tiegel mit Deckel 2 Stunden lang im Luftbade auf 105—110° C. Nach dem Erkalten läfst man im Exsikkator erkalten und wägt. Der Gewichtsverlust gibt auf Prozente berechnet, die in der Kohle enthaltene Feuchtigkeit an.

Die bei der Zerkleinerung zwecks Wasserbestimmung gefüllten Wägegläschen werden ebenfalls vor und nach dem Austrocknen gewogen und der Wassergehalt aus der Differenz berechnet.

Aschenbestimmung.

Aschenbestimmungen werden am häufigsten bei Steinkohlen und Koks verlangt. Je nach dem zu erwartenden Aschengehalt erhitzt man 2—5 g der feingepulverten Kohle in einem Platintiegel oder einer Platinschale. Das Anwärmen mufs sehr allmählich und vorsichtig begonnen werden, um eine starke und rasche Gasentwicklung, sowie ein Verstäuben von Ascheteilchen zu vermeiden. Schliefslich steigert man die Hitze zu mäfsiger Rotglut, bis unter zeitweiligem Umrühren mit einem Platindrahte die Kohle

vollständig verbrannt ist. Liegt eine backende Steinkohle vor, so ist ein langsames Erhitzen mit zuerst kleiner Flamme zu empfehlen, um das Sintern der Kohle zu verhüten. Am zweckmäfsigsten erhitzt man etwa zwei Stunden lang in unbedeckter Schale im Trockenschrank auf 120—150° und beginnt dann erst mit der Veraschung.

Die im Tiegel verbleibende Asche wird gewogen und auf Prozente umgerechnet.

Schwefelbestimmung.

In der Kohle findet sich der Schwefel fast immer als Schwefelkies, in organischer Verbindung oder als Sulfat. Für die Technik ist es von Wichtigkeit, zu wissen, wieviel Schwefel für die beabsichtigte Verwendung der Kohle schädlich ist.

Für unsere Zwecke kommt nur der „flüchtige Schwefel" in Frage, nämlich derjenige, welcher als schweflige Säure oder zum Teil als Schwefelsäure mit den Verbrennungsgasen entweicht. Etwa in der Asche zurückbleibender Schwefel ist hierfür ohne Bedeutung. Aus diesem Grunde erübrigt es sich, den „Gesamtschwefel" zu bestimmen, sondern man ermittelt nur den flüchtigen Schwefel.

Dies geschieht am besten durch Verbrennung einer 0,8—1 g wiegenden Probe im Verbrennungsrohr, welches statt Kupferoxyd eine kurze Schicht mit Platinmoor gemischtem säurefesten Asbest oder besser Platinabfälle enthält. Die entstehende schweflige Säure wird in Wasserstoffsuperoxyd aufgefangen und entweder als Baryumsulfat gefällt oder mit $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge titriert. Die gefundene Schwefelsäuremenge rechnet man auf Schwefel und diesen auf Prozente des Brennmaterials um.

Steht ein Verbrennungsofen nicht zur Verfügung, so ist man gezwungen, den Schwefelgehalt auf eine andere Weise zu bestimmen. Es geschieht dies nach dem Verfahren von Eschka:[1])

Zur Ermittelung des Gesamtschwefels mischt man in einem Platintiegel mittelst eines dicken Platindrahtes etwa 1 g der feingepulverten Probe mit 2 g eines innigen Gemisches von 2 Teilen gut gebrannter reiner Magnesia und 1 Teil wasserfreiem reinen Natriumkarbonat. Nun gibt man dem Tiegel eine schiefe Lage, welches so geschieht, dafs man ihn in ein Stück Asbestpappe steckt und letzteres auf einem Dreifufs durch ein untergelegtes Stück Eisen schief aufstellt; hierauf erhitzt man den Tiegel ohne Deckel so, dafs nur die untere Hälfte ins Glühen kommt. Dieses

[1]) Dingler's pol. Journal 219, 178.

Erhitzen wird unter öfterem Umrühren etwa eine Stunde lang fortgesetzt.

Geht die Farbe aus Grau in ein bleibendes Hellgelblich, Hellrötlich oder Hellbräunlich über, so ist die Verbrennung als beendet anzusehen und man läfst den Tiegel erkalten.

Letzterer wird samt Inhalt in ein Becherglas gebracht, mit Wasser bedeckt und die Schmelze allmählich unter sich wiederholendem Wasserzusatz ausgekocht, worauf Bromwasser bis zur schwach gelblichen Färbung hinzugesetzt wird. Hierauf wird zur Oxydation etwa noch vorhandener Sulfide erwärmt, filtriert und im mit Salzsäure angesäuerten Filtrat die Schwefelsäure mit Chlorbaryum gefällt, woraus der Schwefelgehalt berechnet wird. Faktor siehe Anhang.

Den flüchtigen Schwefel ermittelt man nun so, dafs man in derselben Weise den Schwefelgehalt in der Asche bestimmt und letzteren von dem Gesamtschwefel abzieht.

Kohlenstoff und Wasserstoff.

Die Ermittelung des Kohlenstoffes und des Wasserstoffes in der Kohle erfolgt mittelst der Elementaranalyse. Fischer[1]) empfiehlt hierfür folgende Vereinfachung. Die beiden Seitenbleche *p* und *b* des einfachen Verbrennungsofens (Fig. 98) sind unten mit der Bodenplatte, oben durch zwei Eisenstäbe *u* miteinander verbunden, gegen welche sich die Tonstücke *s* oben anlegen, welche unten in der auf beiden Seiten angebrachten Rinne stehen. Dadurch werden in bekannter Weise die Flammen der untergestellten Brenner, welche durch die beiderseits angebrachten Bleche *a* gegen Zugluft geschützt sind, gezwungen, das in der offenen, halbrunden Blechrinne *o* liegende Verbrennungsrohr völlig zu umgeben. Das an beiden Seiten offene

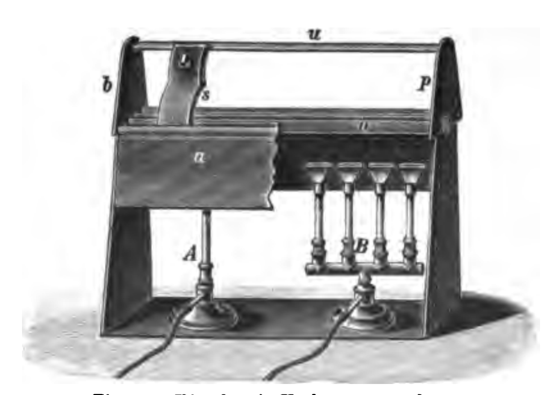


Fig. 98. Fischer's Verbrennungsofen.

[1]) Fischer, Chemische Technologie der Brennstoffe Bd. I, 127.

Verbrennungsrohr (Fig. 99) aus schwer schmelzbarem Glase enthält zwischen den beiden in sehr dünnes Platinblech eingehüllten Asbestpropfen *a* eine Schicht *n* körniges Kupferoxyd und bei stark schwefelhaltigen Kohlen desgleichen eine kürzere Schicht gekörntes Bleichromat. Nach dem Einschieben des Platinschiffchens *m* mit der zu untersuchenden Probe wird das eine Ende *u* mit dem Sauerstoffgasometer, das andere *w* aber direkt mit dem Chlorkalziumrohr *c* verbunden.

Ehe man nun die Verbrennung beginnen will, legt man das Verbrennungsrohr in die Blechrinne *o*, bedeckt mit den feuerfesten Kacheln in gewöhnlicher Weise und erhitzt die Kupferoxydschicht durch eine mit 3 bis 4 Flachbrennern ausgerüstete Lampe *B* bis zum Glühen. Für die andere Hälfte der Röhre, in welcher sich das Schiffchen *m* befindet, genügt ein einfacher Bunsenbrenner. Nun leitet man in bekannter Weise etwa 10 Minuten lang einen Sauerstoffstrom durch das Rohr und läfst dann im Sauerstoffstrome erkalten.

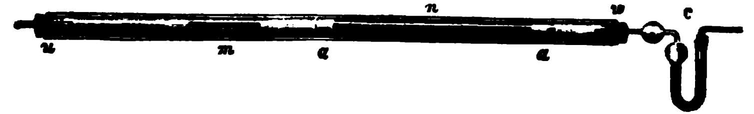


Fig. 99. Verbrennungsrohr.

Jetzt löst man den Stopfen *u* und schiebt die in einem Schiffchen abgewogene, bei 105—110° getrocknete Probe, ca. 0,1—0,2 g, in das Verbrennungsrohr, setzt den Stopfen *u* sofort wieder ein, befestigt bei *w* das Chlorkalziumrohr und einen Kaliapparat und verbrennt, wie bekannt, im Sauerstoffstrome.

Aus den bei der Elementaranalyse gefundenen Gewichten für Kohlensäure und Wasser berechnet sich:

$$H = \text{gefundenes } H_2O \,.\, 0{,}11192,$$
$$C = \text{gefundene } CO_2 \,.\, 0{,}27278.$$

Sind nun in dem zu untersuchenden Brennstoffe *c* Prozent Kohlenstoff, *h* Prozent Wasserstoff, *s* Prozent Schwefel, *o* Prozent Sauerstoff und *w* Prozent Wasser vorhanden, so erfordert 1 kg Kohle:

$$(2{,}667c + 8h + s - o) : 100 \text{ kg}$$
oder $$(2{,}667c + 8h + s - o) : (100 \,.\, 1{,}43) \text{ kg Sauerstoff}$$
oder $$(2{,}667c + 8h + s - o) : (21 \,.\, 1{,}43) \text{ ccm atmosphärische Luft}$$

zur vollständigen Verbrennung. 1 kg Steinkohle mittlerer Zusammensetzung:[1])

[1]) Lunge, Chemisch-technische Untersuchungen Bd. I, 229.

Kohlenstoff	= 80 %
Wasserstoff	= 4 "
Sauerstoff	= 8 "
Stickstoff	= 1 "
Schwefel	= 2 "
Wasser	= 3 "
Asche	= 2 "
	= 100 %,

erfordert demnach

$$2{,}667 \,.\, 0{,}8 + 8 \,.\, 0{,}04 + 0{,}02 - 0{,}08$$

oder $$(2{,}667 \,.\, 80 + 8 \,.\, 4 + 2 - 8) : 100 \,.\, 2{,}393 \text{ kg},$$

oder auch 1,673 ccm Sauerstoff, somit 8,0 ccm atmosphärische Luft zur völligen Verbrennung.

Brennwert.

1. Berechnung aus der Elementaranalyse.

Die bei einer Verbrennung auftretende freie Wärme bestimmt man nach Wärmeeinheiten oder Kalorien und nennt eine Wärmeeinheit (1 W.-E.) diejenige Menge Wärme, welche erforderlich ist, um die Temperatur von 1 kg Wasser von 0° auf + 1,0 C. zu erhöhen.

Hiernach versteht man unter dem Brenn- oder Heizwerte eines Stoffes die Anzahl Wärmeeinheiten, welche bei einer vollkommenen Verbrennung von 1 kg desselben entwickelt werden.

So z. B. beträgt der Heizwert des Kohlenstoffes bei seiner Verbrennung zu Kohlensäure rund 8100 W.-E., der des Wasserstoffes bei seiner Verbrennung zu flüssigem Wasser 34180, zu Wasserdampf, welcher ja tatsächlich in den Feuerungen erzeugt wird, rund 29000 W.-E., der des Schwefels zu schwefliger Säure 2500 W.-E.

Vermittelst dieser Zahlen kann man, gestützt auf die prozentische Zusammensetzung, den Heizwert eines beliebigen Stoffes berechnen.

Dies erfolgt nach der Dulong'schen Formel, bezogen auf flüssiges Wasser von 0° als Verbrennungsprodukt:

$$\text{I.} \quad \frac{8100\,c + 34\,220\left(h - \frac{0}{8}\right) + 2500\,s}{100}$$

oder, was praktisch bequem, bezogen auf Wasserdampf von 20°:

$$\text{II.} \quad \frac{81\,000\,c + 28\,800\left(h - \frac{0}{8}\right) + 2500\,s - 600\,w}{100}.$$

Stellen wir die oben mitgeteilten Zahlen in die Formel ein, so erhält man nach Formel I:

$$\text{W.-E.} = \frac{8100 \cdot 80 + 34220\left(4 - \frac{8}{8}\right) + 2500 \cdot 2}{100}$$

$$\text{W.-E.} = 7556$$

oder nach Formel II:

$$\text{W.-E.} = \frac{8100 \cdot 80 + 28800\left(4 - \frac{8}{8}\right) + 2500 \cdot 2}{100}$$

$$\text{W.-E.} = 7294.$$

Nach Fischer (loc. cit.) gibt diese Dulong'sche Formel für einige Steinkohlen annähernd zutreffende Werte, für andere Abweichungen von 2—6 Prozent, besonders aber für Holz, Torf und Braunkohlen viel zu niedrige Werte.

2. Bestimmung im Kalorimeter.

Die direkte Bestimmung des Brennwertes im Kalorimeter gibt allein zuverlässige Angaben. In der Technik wird vielfach die Berthelot-Mahler'sche Bombe mit der von Kröcker angegebenen Abänderung angewendet.

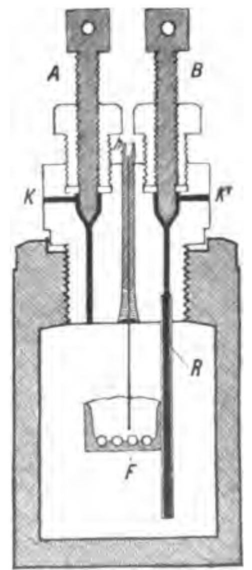


Fig. 100. Kröcker-Mahler'sche Bombe für technischen Gebrauch.

Kröcker beschreibt dieselbe folgendermafsen:

Die Bombe ist der Form und den Dimensionen nach der Hempel'schen nachgebildet.

Sie besteht (Fig. 100) aus einem stählernen Gefäfs mit fest aufschraubbarem Deckel. Der äufsere Durchmesser des Gefäfses beträgt 72 mm, der lichte Durchmesser 52 mm, die Höhe 120 mm; die Wände des Gefäfses sind 10 mm stark. Das Gefäfs fafst 200 ccm. An dem Boden befinden sich 3 Füfse von 4 mm Höhe, welche durch Anfeilen aus dem verstärkten Boden erhalten sind und welche bewirken, dafs die Bombe in dem Kalorimeter auf allen Seiten von Wasser umgeben ist. Die Öffnung des Gefäfses ist mit einem 25 mm langen Gewinde ausgestattet, in welches der Kopf der Bombe eingeschraubt wird. Der Kopf ist ebenfalls aus Stahl gedreht. Derselbe ist, abweichend von dem Kopf der Hempel'schen und Mahler'schen Bombe, mit zwei gasdicht verschliefsbaren Kanälen ausge-

stattet. Aufser dem Kanal K, welcher für die Einführung des Sauerstoffes gemacht ist, geht noch ein zweiter Kanal K^1, der im Innern des Gefäfses durch ein Platinröhrchen R bis auf den Boden fortgesetzt ist, durch den Kopf der Bombe.

Diese zweite Durchbohrung gestattet es, nach Beendigung der Verbrennung die Verbrennungsgase, bezw. das kondensierte Wasser aus der Bombe hinauszutreiben. Beide Kanäle sind, wie aus der Zeichnung ersichtlich, von oben durch Ventile gasdicht verschliefsbar. Aufser diesen beiden Kanälen besteht noch eine dritte Durchbohrung, durch welche ein Platindraht isoliert durchgeführt ist. Bei der Isolierung dieses Drahtes müfste darauf Bedacht genommen werden, dafs die Bombe im Laufe der Untersuchung auf 105° erhitzt wird. Es mufste also eine Isolierung gewählt werden, welche die Erwärmung ohne Schädigung verträgt. Es wurde deshalb von der komplizierten Isolierung, welche Hempel bei seiner Bombe anwendet, abgesehen, und wird der Platindraht lediglich mit einem guten, sehr starkwandigen Gummischlauch abgedichtet. Zur Verwendung gelangte ein Gummischlauch von 1 mm lichtem und 8 mm äufserem Durchmesser. Dehnt man einen solchen Schlauch durch Ziehen an den beiden Enden kräftig aus, so wird er dünn und läfst sich bequem durch die enge Bohrung ziehen. Läfst man die beiden Enden los, so zieht sich der Schlauch mit elementarer Gewalt wieder zusammen, sowohl gegen die Wandungen des Bohrloches, als auch gegen den im Innern befindlichen Platindraht fest anschliefsend. Damit nun das untere Ende des Schlauches nicht in die Verbrennungskammer ragt und an der Verbrennung teilnimmt, ist der Gummischlauch aus dem Bohrloch ungefähr 6 mm tief herausgeschnitten und die Höhlung mit Asbestfäden, welche vorher durch Gipsbrei gezogen waren, ausgestopft. Dadurch ist eine isolierende Schicht geschaffen, welche den Gummischlauch vor dem Anbrennen schützt. Das obere Ende des Schlauches ragt etwas über den Kopf hinaus und wird mit etwas Quecksilber gefüllt, damit bei den Verbrennungen bequem leitende Verbindung mit einer Elektrizitätsquelle hergestellt werden kann.

Dieser Platindraht ragt ungefähr 6 mm in das Innere der Bombe hinab. Ihm gegenüber befindet sich ein zweiter Platindraht, welcher mittelst einer Eisenfassung in den Kopf der Bombe elektrisch leitend eingeschraubt ist. Diese beiden Drähte sind an ihren Enden hakenförmig umgebogen, so dafs ein Tonschälchen F an ihnen angehängt werden kann.

Die Innenseite der Bombe ist emailliert. Diese Emailleschicht, welche zuerst von Mahler bei seiner kalorimetrischen Bombe angewendet wurde, trägt zweifellos zur Erhöhung der Genauigkeit der Untersuchungen bei.

Die Apparate werden von Peters[1]) in zwei Ausführungen geliefert und zwar für den technischen Gebrauch, wie auch für genauere wissenschaftliche Untersuchungen.

[1]) Jul. Peters, Berlin NW., Turmstr. 4.

Der Apparat für den technischen Gebrauch umfafst folgende Teile:

1. Die Verbrennungsbombe, innen emailliert, mit isoliertem Platinpol, einem bis zum Boden reichenden Platinrohr und einem Tonschälchen.
2. Ein zur Bombe passender Untersatz zwecks Aufnahme derselben während der Deckelverschraubung. Der Untersatz ist auf einer Tischplatte zu befestigen.
3. Ein Manometer auf Stativ nebst Sauerstoff-Überleitungsrohr mit Anschlüssen, passend an eine Elkan'sche Sauerstoffflasche einerseits und an den Deckel der Verbrennungsbombe andererseits.
4. Zwei enge vernickelte Röhrchen mit Anschlufsschrauben an den Deckel der Verbrennungsbombe.
5. Ein doppelarmiger Schlüssel mit viereckigem Ausschnitt, passend über die Leiste des Bombendeckels. Ferner zwei kleinere Schlüssel, ein Ventil-Anziehstift, Zünddraht und Reserve-Bleidichtungsringe.
6. Eine stählerne Form zur Herstellung der Briketts.
7. Ein vernickeltes Wassergefäfs.
8. Ein Isoliermantel, bestehend aus einem Eichenholzfäfschen.
9. Ein Rührwerk-Mechanismus für Hand- und Motorenbetrieb.
10. Ein in $^1/_{50}{}^0$ C. geteiltes Thermometer.

Der Apparat für wissenschaftliche Zwecke unterscheidet sich von dem vorgenannten durch folgende Merkmale:

ad. 1. Die innere Fläche des Bombendeckels ist mit Platinblech bekleidet. Die beiden der Korrosion leicht ausgesetzten Ventilspitzen sind aus Platiniridium. Ersatz des Tonschälchens durch einen Platintiegel nebst Halter und Klemmschraube aus Platin.

ad. 8. Das Isoliergefäfs besteht aus einem doppelwandigen kupfernen Schutzmantel, welcher mit Wasser von Zimmertemperatur zu füllen ist.

ad. 10. Das Thermometer ist in $^1/_{100}{}^0$ C. geteilt und mit Prüfungsattest der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt versehen. Ablesung der Skala durch Lupenvorrichtung.

Die Bombe (Fig. 101) besteht aus einem vernickelten Stahlgefäfs mit fest verschraubbarem Deckel, welches ca. 300 ccm fafst. Der Deckel trägt in der Mitte eine Verstärkungsleiste, durch welche die Gas-Zu- und -Ableitungskanäle gelegt sind. Den Kanal K_2, fortgesetzt durch das Platinrohr R, benutzt man zur Ausleitung der Verbrennungsgase. Beide Kanäle sind durch in Stopfbuchsen laufende Schraubenspindeln V_1 und V_2 verschliefsbar. Will man die in der Bombe befindliche atmosphärische Luft austreiben, so öffne man beim Einleiten des Sauerstoffs einen Moment die zweite Ventilschraube V_1. Die Manipulation bietet gleichzeitig die Gewifsheit, dafs die Kanäle nicht verstopft sind. Bevor man die Bombe in das

Wassergefäfs stellt, sind die seitlichen Leitungskanäle im Deckel durch die Schrauben S_1 und S_2 zu schliefsen.

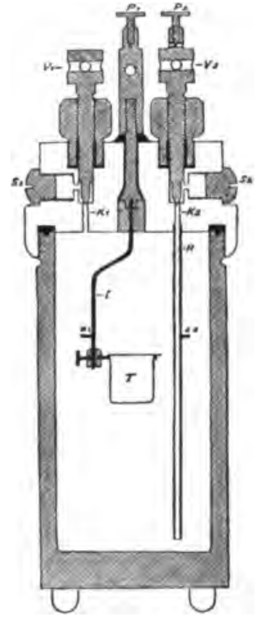


Fig. 101. Kröcker-Mahler-sche Bombe für wissenschaftliche Zwecke.

Durch die Mitte des Deckels führt der isolierte Platin-Poldraht D. Dieser wie auch das Platinrohr R besitzen je einen kurzen Platinansatz a_1 und a_2. Um diese beiden Ansätze wird der Zünddraht geschlungen. T ist der Platintiegel, bezw. bei den technischen Apparaten der Tontiegel.

P_1 und P_2 sind zwei Schräubchen zum Festklemmen des elektrischen Leitungsdrahtes.

Es sei hier besonders darauf hingewiesen, dafs es bei dem Aufschrauben des Deckels keines besonderen Kraftaufwandes bedarf, nur ist zu berücksichtigen, dafs die beiden Dichtungsflächen, der Bleiring im Deckel wie der Gefäfsrand, stets eigen und unverletzt erhalten werden. Auch der Ventilschlufs erfordert nur eine mäfsige Kraft.

Ferner ist darauf zu achten, dafs die Schraubengänge frei von Fremdkörpern bleiben, und es ist ratsam, die Schraubengänge, wie auch die Dichtungsflächen mit Hirschtalg oder Vaseline einzufetten.

Ausführung einer Bestimmung.

Jede Untersuchung umfafst drei Perioden: die Vorbereitungen, die eigentliche Verbrennung und die Wasserbestimmung. Die zweite Periode zerfällt wieder in drei Unterabteilungen, nämlich in Vorversuch, Hauptversuch und Nachversuch.

Zu den Vorbereitungen gehört zunächst das Abwiegen eines ca. 5—6 cm langen dünnen Eisendrahtes, das Einführen desselben in die Pressform, das Füllen derselben mit 1—1,5 g der zu untersuchenden und fein pulverisierten Brennsubstanz, das Pressen der letzteren zu einem Brikett, das Wiegen dieses Briketts und das Abwiegen eines Quantum Wassers von 2000 bis 2200 g im Kalorimetergefäfs. Nachdem nun die Bombe nebst Deckel im Trockenschranke von jeder eventuell anhaftenden Feuchtigkeit befreit worden ist, wird das Versuchsbrikett derart in die Bombe eingesetzt, dafs

die aus dem Brikett hervorragenden Enden des eingepreſsten Eisendrahtes um die in das Innere der Bombe ragenden Platinpole a_1 und a_2 gewickelt werden. Die Bombe wird hierauf verschlossen und mit Sauerstoff von 20 Atmosphären Spannung gefüllt. Hierauf setzt man die Bombe in das Kalorimetergefäſs ein. Dasselbe ist, wie schon erwähnt, mit 2000—2200 g Wasser gefüllt, dessen Temperatur zur Vermeidung umständlicher Korrekturen so zu wählen ist, daſs die nach der Verbrennung erhaltene Temperatur ungefähr mit der Zimmertemperatur übereinstimmt, oder richtiger noch genau so viel über der Zimmertemperatur, als vorher unter derselben ist. Damit sind die Vorbereitungen beendet und es beginnt die eigentliche Verbrennung.

Einige Minuten, nachdem die Bombe in das Kalorimetergefäſs gebracht und der Temperaturausgleich eingetreten ist, setzt man das Rührwerk in Bewegung und notiert von Minute zu Minute die Temperatur des Kalorimeterwassers etwa 8—10 mal auf, wobei es von Wichtigkeit ist, daſs die Temperaturschwankungen nahezu konstant sind. Das Thermometer, bei welchem jeder Grad in 100 Teile geteilt ist, gestattet bei der Lupenablesung noch $^1/_{1000}{}^0$ sicher zu schätzen.

Für jedes geprüfte Thermometer sind die Fehler desselben angegeben, wie folgendes Beispiel zeigt.

Das Thermometer zeigt folgende Werte:

+ 14°	um 0,01° zu hoch		+ 20°	um 0,01° zu hoch	
+ 15°	„ 0,02° „ „		+ 21°	„ 0,01° „ „	
+ 16°	„ 0,01° „ „		+ 22°	„ 0,01° „ „	
+ 17°	„ 0,01° „ „		+ 23°	„ 0,01° „ „	
+ 18°	„ 0,01° „ „		+ 24°	ohne wesentlichen Fehler.	
+ 19°	„ 0,01° „ „				

Die vorstehend angegebenen Fehler gelten nur unter der Voraussetzung, daſs der Quecksilberfaden seiner ganzen Länge nach sich in der zu messenden Temperatur befindet. Wenn hingegen, wie es bei unseren Beobachtungen stets der Fall ist, ein Teil des Fadens aus dem Kalorimeterwasser, dessen Temperatur gemessen werden soll, herausragt, so ist der zu der abgelesenen und nach den betreffenden Fehlerangaben berichtigten Temperatur die Verbesserung

$$\frac{n.(T-t)}{6300}$$

hinzuzufügen, wobei n die in Graden ausgedrückte Länge des herausragenden Teiles des Quecksilberfadens, T die zu messende Temperatur und t die mittlere Temperatur des herausragenden Fadens bedeuten. Letztere wird durch ein Hilfsthermometer ermittelt, dessen Quecksilbergefäſs sich in halber Höhe des herausragenden Quecksilberfadens befindet.

Erst wenn also die Temperaturschwankungen von Minute zu Minute, ca. 8—10 Minuten hindurch, konstant geblieben sind, oder wenn während dieser Zeit überhaupt keine Temperaturdifferenzen zu beobachten waren, so hat der Vorversuch sein Ende erreicht. 10 Sekunden bevor dieser Zeitpunkt erreicht ist, wird der elektrische Strom geschlossen und ist damit der Hauptversuch eingeleitet. Da die aus dem Deckel der Bombe herausragenden Pole in den Stromkreis eingeschaltet sind, so wird durch das Schliefsen des Stromes der im Innern der Bombe befindliche Eisendraht momentan ins Glühen gebracht, um, da er ja von hochkomprimiertem Sauerstoff umgeben ist, augenblicklich samt dem an ihm haftenden Brennstoffbrikett zu verbrennen. Der Eisendraht verbrennt dabei vollständig zu Eisenoxyd, welches sich beim Öffnen der Bombe in Form von tiefblauen, minutiösen Kügelchen präsentiert, während die Kohle — und Berthelot hat dies für jeden brennbaren Stoff nachgewiesen — vollständig und restlos verbrennt, also auch ohne Entwicklung von Teernebeln, die bei anderen Kalorimetern mit offener Verbrennung so gefürchtet und so schwer zu vermeiden sind. Eine Ausnahme in letzter Beziehung macht nur Koks, indem dieses Material selbst in hochkomprimiertem Sauerstoff nicht vollständig verbrennt. Bei kalorimetrischen Untersuchungen von Koks ist es daher nötig, diesen mit einer genau gewogenen Menge von Paraffin, dessen Verbrennungswärme ja genau bekannt ist, vermischt zu verbrennen. Koks und — allerdings in geringem Mafse — auch Anthrazit lassen sich, wenn sie auch ganz fein pulverisiert sind, nur schwer zu einem Brikett pressen; es ist daher sehr zu empfehlen, diese Stoffe im Platintiegel in staubförmigem Zustande zu verbrennen.

Kurz nach dem Schliefsen des Stromes beginnt das Thermometer rapid zu steigen. Die Temperaturänderungen sind jetzt mit erhöhter Schärfe zu beobachten und ist ganz besonders auf die Feststellung des Maximums der Temperatur Sorgfalt zu legen.

Dieses tritt in der Regel 4—6 Minuten nach erfolgter Zündung ein. Damit ist das Ende des Hauptversuches erreicht und es beginnt der Nachversuch.

Die Temperatur fängt an langsam zu fallen und ist noch 8—10 Minuten lang zu beobachten. Während all dieser Temperaturbeobachtungen ist das Rührwerk langsam, aber möglichst gleichmäfsig in Bewegung zu halten. Ist der Nachversuch zu Ende, so wird die Bombe aus dem Kalorimetergefäfs genommen, sorgfältig abgetrocknet und für die Wasserbestimmung vorbereitet.

Bei der Verbrennung der gewöhnlichen Feuerungsmaterialien entsteht Wasser, welches zum Teil aus dem den Brennmaterialien anhaftendem hygroskopischem Wasser besteht. Bei der Verbrennung auf dem Roste eines Kessels wird dieses Gesamtwasser in Dampf verwandelt und zieht

als solcher mit den Rauchgasen ab. Die Bildungswärme dieses Dampfes, der eine Temperatur von 200—350° und manchmal noch darüber hat, ist also bei den Dampfkesselfeuerungen vollständig verloren. Bei der Verbrennung in der Bombe wird aber dieses Wasser, ebenso wie die anderen Verbrennungsprodukte auf ca. 20° abgekühlt; es kondensiert also und die dabei frei werdende Wassermenge wird an das Kalorimeterwasser abgegeben. Es wird mithin bei der Untersuchungsmethode im Kalorimeter mehr Wärme erzeugt, als bei der Verbrennung auf dem Rost einer Feuerung, und dies ist der Grund, warum bei jeder Heizwertbestimmung eine quantitative Bestimmung des Verbrennungswassers ausgeführt werden mufs. Bei Steinkohlen, welche erstens eine hohe Verbrennungswärme haben, sodann relativ wenig Wasser entwickeln, überschreitet die im Kalorimeter gefundene Verbrennungswärme den nutzbaren Heizwert (Verbrennungswärme abzüglich der Bildungswärme des bei der Verbrennung entstehenden Wassers) um höchstens 250—300 Kalorien. Der Fehler ist hier also nicht so grofs. Bei allen anderen Produkten aber, Braunkohlen, Holz, Torf ist sowohl wegen des höheren Wasserstoffgehaltes, als namentlich wegen der anhaftenden Feuchtigkeit (bei Kohlen Grubenfeuchtigkeit genannt) der Fehler so grofs, dafs die Beurteilung des Stoffes aus der Verbrennung allein unmöglich ist; beträgt das Verbrennungswasser bei den zuletztgenannten Stoffen doch oft 60 Prozent. Es mufs also, wenn überhaupt die im Kalorimeter bestimmte Verbrennungswärme zur Beurteilung des Heizmaterials dienen soll, eine Bestimmung des nach der Verbrennung resultierenden Wassers damit verbunden werden.

Um dies zu ermöglichen, hat Kröcker die ursprüngliche Berthelotsche Bombe umgeändert, indem er durch den Deckel der Bombe zwei durch Ventile gasdicht verschliefsbare Kanäle führte. Der eine dieser beiden Kanäle ist im Innern der Bombe durch ein Platinröhrchen bis in die unmittelbarste Nähe des Bodens fortgesetzt (dieses Röhrchen ist gleichzeitig der eine Pol). Mit Hilfe dieser beiden Kanäle ist es möglich, nach der Verbrennung einen kontinuierlichen Strom absolut trockener Luft durch die Bombe zu schicken. Zu diesem Zwecke wird der Kanal K_1 mit einer genau gewogenen Chlorkalziumvorlage in Verbindung gebracht, während der andere Kanal mit einem Chlorkalziumturm verbunden ist. Letzterer ist an eine Luftdruckvorrichtung angeschlossen. Als solche dienen am einfachsten zwei grofse Glasflaschen, von denen die eine mit Wasser gefüllt und höher gestellt wird, so dafs letzteres durch Heberwirkung nach der tiefer gestellten Flasche abfliefsen kann. Während der Wasserbestimmung steht die Bombe in einem auf 105—110° erhitzten Ölbade. Es wird nun zunächst derjenige Kanal, welcher an die Chlorkalziumvorlage angeschlossen ist, ganz vorsichtig geöffnet, so dafs die in der Bombe eingeschlossenen und noch unter hohem Druck stehenden Verbrennungsgase

allmählich durch die Vorlage strömen können, wobei sie gezwungen werden, ihren Feuchtigkeitsgehalt an das Chlorkalzium abzugeben. Dieser Vorgang dauert ungefähr 30 Minuten, und nun ist noch das in der Bombe kondensierte Wasser auszutreiben. Dieses wird, da ja die Bombe eine Temperatur von 105—110° angenommen hat, in Dampf verwandelt, welcher, nachdem auch das zweite Ventil K_2 geöffnet ist, mit der durchströmenden trockenen Luft durch die Chlorkalziumvorlage geführt wird, wo ihn das Chlorkalzium vollständig absorbiert. Nach weiteren 45—50 Minuten ist auch diese Prozedur beendet und es bedarf nur noch einer abermaligen genauen Wägung der Vorlage, um das Gesamtwasser bestimmt zu haben.

Beispiel. Die untersuchte Kohle ergab bei ihrer Verbrennung folgende Werte:

Zimmertemperatur = 20°.

Wasserwert des Kalorimeters = 2100 g.

Gewicht des Eisendrahtes und Kohlebrikettes . .	=	1,0959 g
„ „ „ allein	=	0,0187 „
Gewicht des Kohlenbriketts allein	=	1,0772 g.
Gewicht der Chlorkalziumvorlage vor dem Versuch	=	48,2169 g
„ „ „ nach „ „	=	48,7605 „
Gewicht des Gesamtwassers	=	0,5436 g
Gewicht des Wassers im Sauerstoff	=	0,0250 „
Gewicht des Wassers in der Kohle	=	0,5186 g = 48 %.

(Hierher Temperaturtabelle S. 396.)

Wie ersichtlich, hat sich die Temperatur des Kalorimeterwassers um 2,990° erhöht. Dies ist jedoch nur die scheinbare Erhöhung, da hierbei der Einfluſs der Umgebung auf das Kalorimeterwasser nicht berücksichtigt ist. Der Fehler, welcher aus diesem Grunde in der Zahl 2,990° liegt, wird durch die Regnault-Stohmann-Pfaundler'sche Formel ausgedrückt.

Nach derselben ist:

$$\text{Korr.} = \frac{v - v^1}{\tau^1 - \tau}\left(\frac{t_1 - t_1}{9} + \frac{t_1 + t_n}{2} + \sum_1^{n-1}(t) - n\tau\right) - (n-1)v.$$

Hierin bedeutet:

v = Mittel der Temperaturdifferenzen des Vorversuches.
τ = „ „ Temperaturablesungen „ „
t_1, t_2, t_n = Temperaturablesungen des Hauptversuches.
v^1 = Mittel der Temperaturdifferenzen des Nachversuches.
τ^1 = „ „ Temperaturablesungen „ „
n = Zahl der Ablesungen des Hauptversuches.

Gang der Temperaturen.

Laufende No.	Vorversuch Ablesung $\tau =$	Vorversuch Diff. $v =$	Hauptversuch Ablesung $t =$	Hauptversuch Diff. $t =$	Nachversuch Ablesung $\tau^1 =$	Nachversuch Diff. $v^1 =$	Bemerkungen:
1	18,750	+	18,759	18,749	21,744	—	Die Kohle wurde im angelieferten Zustande, also nicht lufttrocken analysiert.
2	18,753	0,003	19,170		21,742	0,002	
3	18,753	0,000	20,530		21,739	0,003	
4	18,756	0,003	21,240		21,729	0,010	
5	18,756	0,000	21,590		21,720	0,009	
6	18,757	0,001	21,723		21,713	0,007	
7	18,758	0,001	21,749	21,739	21,707	0,006	
8	18,758	0,000	Diff.	2,990	21,704	0,003	
9	18,759	0,001					
10	18,759	0,000					
Sa.	187,559	0,009			173,798	0,040	
Mittel	18,756	0,001			21,725	0,005	

Für unser Beispiel ist:

$$v - v^1 = 0{,}001 + 0{,}005 = 0{,}006^0$$

$$\tau^1 - \tau = 21{,}725 - 18{,}756 = 2{,}969^0$$

$$\frac{t_2 - t_1}{9} = \frac{0{,}411}{9} \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad = 0{,}046^0$$

$$\frac{t_1 + t_n}{2} = \frac{40{,}488}{2} \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad = 20{,}244^0$$

$$\sum_{1}^{n-1} (t) \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad = 123{,}012^0$$

$$n\,\tau = 7 \,.\, 18{,}756 \quad . \quad . \quad . \quad = 131{,}292^0$$

$$(n - 1)\,v = 6 \,.\, 0{,}001 \quad . \quad . \quad . \quad = 0{,}006^0.$$

Folglich:

$$\text{Korr.} = \frac{0{,}006}{2{,}969}\,(0{,}046 + 20{,}244 + 123{,}012 - 131{,}292) - 0{,}006.$$

Korr. = 0,012°.

Korrigierte Temperaturerhöhung: 2,990° + 0,012° = 3,002°.

Wasserwert des Wassers		= 2100 g.
„ „ Kalorimeters		= 340 „
	Sa.	= 2440 g.

Im ganzen wurden erzeugt:

3,002 . 2440 kal. = 7324,8 kal.

An dieser gesamten Wärmeentwicklung partizipieren:

a) die verbrannte Kohle,
b) der verbrannte Eisendraht,
c) die Bildungswärme geringer Quantitäten von Salpetersäure und Schwefelsäure.

Der gesuchte Heizwert der Kohle stellte sich dar in der Formel:

$$[a - (b + c)] : 1{,}0772 = [7324{,}8 - (b + c)] : 1{,}0772.$$

ad. b. 0,0187 g Eisendraht geben bei vollständiger Verbrennung zu Eisenoxyd 30 kal. (genauer 29,92 kal.). ad. c. Für die gebildeten Säuren sind in der Regel 5—8 kal. in Abzug zu bringen und wird dieser Betrag für die meisten Kohlensorten richtig sein.

Der gesamte in der Bombe entwickelte Heizwert der Kohle ist also:

$$[7324{,}8 - (30 + 8)] : 1{,}0772 = [7324{,}8 - 38] = 1{,}0772.$$

$$7286{,}8 : 1{,}0772 = \mathbf{6764\ kal.}$$

Im ganzen sind 0,5436 g Wasser in der Chlorkalziumvorlage aufgefangen worden. Hiervon stammen aber, wie durch vorausgegangene Versuche festgestellt wurde, 0,025 g aus dem zur Verwendung gekommenen komprimierten Sauerstoff, so dafs auf die verbrannte Kohle allein (0,5436 — 0,025) g Wasser = 0,5186 g (= 48 Prozent der verbrannten Kohle) Wasser treffen.

Der Wärmewert dieser Menge beträgt:

48 . 6,0 kal. = **288 kal.**

Der **nutzbare Heizwert** der Kohle beträgt also:

6714 kal. — 288 kal. = 6476 kal.

Es erübrigt noch, dem zu Anfang dieser Berechnung erwähnten Wasserwerte der Bombe und des Kalorimeters einige Worte zu widmen.

Die bei der Verbrennung entstehende Wärmemenge wird nicht vollständig in das Kalorimeter übergehen, sondern ein Teil derselben wird aufgewendet werden müssen, um das Kalorimetergefäfs, die Bombe und jenen Teil des Thermometers, der in das Kalorimeterwasser eintaucht, auf

die Maximaltemperatur zu bringen. Diejenige Wärmemenge, welche hierzu nötig ist, wenn die Temperaturerhöhung des Kalorimeterwassers 1° beträgt, heifst der Wasserwert des Kalorimeters. Diese Konstante bestimmt sich aus dem Gewicht aller mit dem Kalorimeterwasser in Berührung kommenden Teile und deren spezifischen Wärme ist aber auf diese Weise nur schwierig zu ermitteln. Einfacher und zuverlässiger bestimmt sich der Wasserwert durch einen Versuch.

Man verbrennt, genau wie beim Experimentieren mit Kohlen, ein bestimmtes Quantum einer Substanz, deren Verbrennungswärme bekannt ist und stellt die Differenz fest zwischen der dadurch erzeugten und der im Kalorimetergefäfs nachgewiesenen Wärmemenge. Hierzu benutzt man in der Regel chemisch reinen Zucker, da dessen Verbrennungswärme durch Berthelot zuverlässig zu 3962 kal. bestimmt ist.

Für den vorgenannten Versuch bestimmte sich der Wasserwert aus 3 Versuchen zu **340 kal.**

Rauchgasanalyse.

Bei der Untersuchung der Rauchgase ist das Resultat der Analyse in hohem Maſse von dem Zeitpunkt abhängig, bei welchem die Probe genommen wird; ja man kann sagen, daſs die richtige Ausführung der Probenahme mindestens ebenso wichtig ist wie die zur Bestimmung verwendeten Methoden.

Bei jeder Feuerungsanlage, welche von Zeit zu Zeit mit neuem Brennmaterial beschickt wird, wird auch die Zusammensetzung der Rauchgase je nach den Verhältnissen schwanken.

So fand z. B. F. Fischer bei einer Dampfkesselfeuerung:[1])

	1 Minute nach dem Schüren	12 Minuten später
Kohlensäure	13,5 %	4,0 %.
Kohlenoxyd	—	—
Sauerstoff	5,5 „	16,5 „
Stickstoff	81,0 „	79,5 „
Rauch	vorhanden	— .

Dagegen werden die Rauchgase bei einer mechanischen ununterbrochenen Feuerung auch annähernd konstante Zusammensetzung haben.

Da es sehr schwer oder so gut wie unmöglich ist, eine den wirklichen Tatsachen entsprechende Durchschnittsprobe zu erlangen, so kann man ein wirklich zutreffendes Urteil über eine Feuerung nur dann erhalten, wenn man mehrere Analysen möglichst rasch hintereinander ausführt, denn nur auf diese Weise kann man ein klares Bild über den Verlauf der Feuerung bekommen.

Ist man einigermaſsen mit dem Feuerungsmaterial vertraut, so kann man nach Fischer[2]) aus der Gesamtmenge von Kohlensäure und Sauerstoff ersehen, ob in den Gasen nennenswerte Mengen Kohlenoxyd vorhanden sind. Es genügt also eine einfache Ermittelung des Gehaltes an Kohlensäure und Sauerstoff.

---

[1]) Lunge, Chemisch-technische Unters. I, 183.

[2]) F. Fischer, Jahresber. 1887, 200 und 202; Zeitschr. f. angew. Chemie 1890, 599.

Fischer kommt dazu auf Grund folgender Überlegung: „Da $C + O_2 = CO_2$, so geben auch die in der Luft enthaltenen 21 Prozent Sauerstoff 21 Prozent Kohlensäure; dagegen verschwinden nach $H_2 + O = H_2O$ für je 2 kg Wasserstoff 11,15 ccm Sauerstoff. Für eine Kohle z. B. mit

Kohlenstoff	84 %
Wasserstoff	4 „
Sauerstoff	8 „
Asche, Wasser u. dgl.	4 „

kommen bei der Verbrennung in Betracht für 1 kg 0,84 kg Kohlenstoff und 0,3 kg Wasserstoff. Für je 7 . 22,3 cbm Kohlensäure wird daher 0,75 . 22,3 cbm Sauerstoff für die Analyse verschwinden. Enthalten daher die Feuerungsgase 14 Prozent Kohlensäure, so müssen bei vollständiger Verbrennung im Mittel noch 5,5 Prozent Sauerstoff vorhanden sein. Nach dem Aufgeben frischer Kohle wird der Sauerstoffgehalt verhältnismäfsig geringer (4—5 Prozent), nach der Entsagung aber höher (6—7 Prozent) sein. Analysen, welche diesen Bedingungen nicht entsprechen, sind falsch und daher mit gröfserer Vorsicht zu wiederholen."

Zur Entnahme der Gasproben sollen keine Eisenrohre[1]) verwendet werden, da letztere den Sauerstoff aus sauerstoffhaltigen Gasen schon bei niedrigeren Temperaturen teilweise aufnehmen, an reduzierende Gase aber wieder abgeben. Liegen die Temperaturen unter 500—600°, so nehme man Glasrohre; handelt es sich um höhere Temperaturen, so sind Porzellanrohre sehr empfehlenswert.

Der in der Technik wohl am meisten verwendete Apparat ist der Orsat'sche Apparat, welcher vielfach verbessert wurde.

F. Fischer empfiehlt auf Grund seiner reichen Erfahrungen in der Rauchgasanalyse den in Fig. 102 abgebildeten Apparat mit nur 2 Absorptionsröhren *D* und *E* für Bestimmung von Sauerstoff und Kohlensäure. Ein etwas gröfserer Apparat ist noch mit einem dritten Rohr *F* für die Bestimmung des Kohlenoxydes ausgestattet.

Fischer beschreibt den Apparat folgendermafsen:

„Der untere, 25—35 ccm fassende Teil der zum Messen des zu untersuchenden Gases bestimmten Bürette *t*, welche zur Abhaltung von Temperaturschwankungen von einem Zylinder mit Wasser eingeschlossen wird, ist in Zehntel, der obere in ganze Kubikzentimeter eingeteilt. Das dickwandige gläserne Kapillarrohr ist an beiden Enden festgelegt, einerseits in einem Ausschnitte der Scheidewand und bei *c* durch eine kleine, an der Decke des Kastens befindliche Stütze. Die 3 (bezw. 4) Glashähne schliefsen sicher dicht und klemmen sich bei nur einigermafsen verständiger Behandlung nie fest. Das Hahnrohr ist am vorderen Ende umgebogen

[1]) F. Fischer, Chemische Technologie der Brennstoffe Bd. I, 220.

und mit dem U-Rohr *B* verbunden, dessen Schenkel Baumwolle enthalten, um allen Rufs und Staub zurück zu halten. Das nach hinten gerichtete Ende des Dreiweghahnes *c* ist durch einen Gummischlauch *a* mit dem Gummisauger *C* verbunden, durch welchen es leicht gelingt, das Gaszuführungsrohr und *B* mit dem zu untersuchenden Gase zu füllen. Die Bindung der Gase geschieht in den unten in Einschnitten festgelegten

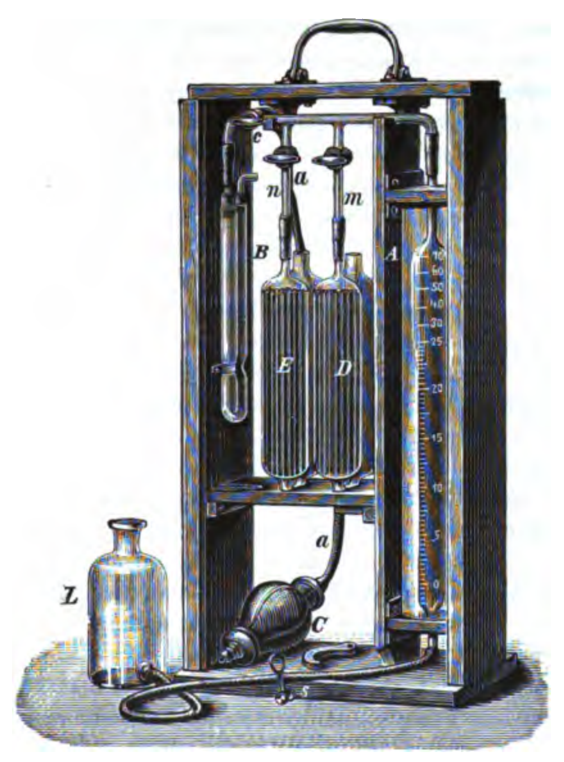


Fig. 102. Apparat zur Untersuchung der Rauchgase nach Orsat-Fischer.

U-förmigen Gefäfsen *D*, *E* (und *F*), welche durch kurze Kautschukschläuche mit dem Hahnrohre verbunden und zur Vergröfserung der Berührungsfläche mit Glasröhren angefüllt sind. Da die Marke *m* sich über dieser Verbindungsstelle befindet, so ist diese stets mit der betreffenden Flüssigkeit benetzt und so leicht vollkommen dicht zu halten. Das andere Ende der U-Rohre *E* und *D* ist mit einem Kautschukstopfen geschlossen, welcher ein Glasröhrchen enthält; die Röhrchen sind mit einem gemeinschaftlichen, etwa 200 ccm fassenden schlaffen Gummiballon zur Abhaltung des atmosphärischen Sauerstoffes verbunden.

Soll der Apparat gebraucht werden, so füllt man die Flasche *L* mit destilliertem Wasser. Zur Füllung der Absorptionsflaschen nimmt man die Stopfen mit den Glasröhren und Gummibeutel ab und giefst in das Gefäfs *D* so viel Kalilauge von 1,20—1,28 spezifischem Gewicht, dafs dasselbe etwas über halb damit angefüllt wird. Ferner löst man 15 g Pyrogallussäure in 30 ccm heifsem Wasser, fügt 80 ccm der obigen Kalilauge hinzu und giefst das Gemisch in das zweite Gefäfs *E* zum Lösen des Sauerstoffes. (Zur etwaigen Bestimmung des Kohlenoxydes bringt man vorher etwa 35 g Kupferchlorid mit 200 ccm konzentrierter Salzsäure und einigen Kupferblechschnitten in eine gut schliefsende Flasche und läfst unter häufigem Umschütteln etwa zwei Tage stehen, setzt 60 ccm Wasser hinzu und füllt von der Lösung in das Gefäfs *F*.) Man schliefst die Glashähne, stellt den Hahn *c* wagerecht und hebt die Flasche *L* so, dafs das Wasser die Bürette *A* füllt, gibt dem Hahn *c* eine Vierteldrehung nach links, so dafs die zweite Durchbohrung zum Rohr *B* führt, öffnet den Hahn des Gefäfses *D*, senkt die Flasche *L* und öffnet vorsichtig den auf den Schlauch *S* gesetzten Quetschhahn, so dafs die Kalilauge bis zur Marke *m* aufsteigt, worauf der Hahn geschlossen wird. In gleicher Weise werden auch die Flüssigkeiten des anderen Gefäfses (*E* bezw. *F*) bis zur Marke aufgesaugt, wobei das Auge stets auf die aufsteigende Flüssigkeit gerichtet ist. (Es empfiehlt sich, diese Handhabung zunächst mit reinem Wasser einzuüben und erst dann die Absorptionsflüssigkeiten einzufüllen.) Dann werden die drei Stopfen mit den Glasröhren luftdicht aufgesetzt. In Röhre *B* bringt man lose Baumwolle, setzt die Stopfen wieder ein und verbindet das Röhrchen *n* mittelst eines Gummischlauches mit dem Glasrohre oder bei hohen Temperaturen Porzellanrohre, welches mit Lehm oder dergleichen luftdicht in den Rauchkanal eingesetzt ist, um den Zutritt der atmosphärischen Luft zu verhüten.

Zur Probe, ob der Apparat dicht ist, stellt man den Hahn *c* wagerecht, prefst den Schlauch unmittelbar an dem Rohr im Rauchkanal mittelst Quetschhahnes oder der Hand fest zu und öffnet den Quetschhahn des Schlauches *s*. Die Wassersäule in *A* sinkt etwas, mufs dann aber völlig fest stehen bleiben, da ein fortgesetztes langsames Sinken irgend eine Undichtigkeit verraten würde, die natürlich zunächst beseitigt werden mufs, sei es durch besseres Überziehen des Schlauches, festes Eindrücken der Stopfen oder Schmieren der Glashähne mit Vaseline.

Nachdem man die Bürette *A* durch Heben der Flasche *L* bis zur Marke 100 mit Wasser gefüllt hat, stellt man den Hahn *c* so, dafs die Verbindung von dem Gummisauger *C* durch das Rohr *B* mit dem Rauchkanal hergestellt ist, und saugt durch 10—12 maliges Zusammenpressen von *C* so lange, bis die ganze Leitung sicher mit dem zu untersuchenden Gase gefüllt ist. Dieses geschieht am bequemsten in der Art, dafs man

mit der linken Hand *C* zusammenpreſst, dann mit dem Daumen der rechten Hand den Röhrenansatz *r* schlieſst und nun durch Öffnen der linken Hand den Ballon aufblähen läſst, den Daumen lüftet, *C* wieder zusammenpreſst usw., bis der Zweck erreicht ist. Nun stellt man den Hahn *c* wieder wagerecht, öffnet den Quetschhahn von *s* und senkt die Flasche *L*, so daſs sich die Bürette *A* mit dem zu untersuchenden Rauchgase bis zum Nullpunkt anfüllt, worauf *c* durch Vierteldrehung nach links wieder geschlossen wird. Das Gas ist jetzt zwischen den Glashähnen und der Wassersäule in *A* eingeschlossen.

Zur Bestimmung der Kohlensäure öffnet man den Hahn von *D* und hebt *L* mit der linken Hand, so daſs beim Öffnen des Quetschhahnes auf *s* mit der rechten Hand das Gas in die Flasche *D* übertritt, senkt *L* wieder, bis die Kalilauge in *D* etwa zur Schlauchverbindung unter *m* reicht, und treibt das Gas noch einmal durch Heben von *L* in das Kaligefäſs. Durch Senken der Flasche *L* und vorsichtiges Öffnen des Quetschhahnes läſst man nun die Kalilauge wieder bis zur Marke *m* aufsteigen, schlieſst den Glashahn, öffnet den Quetschhahn, hält die Flasche *L* so neben die Bürette, daſs das Wasser in beiden Gefäſsen gleichhoch steht, schlieſst den Quetschhahn wieder und liest endlich das zurückgebliebene Gasvolumen ab. Der Stand des Sperrwassers gibt direkt den Prozentgehalt des untersuchten Gases an Kohlensäure. In gleicher Weise läſst man das Gas in das Gefäſs *E* zwei- bis dreimal übertreten, bis keine Volumabnahme mehr erfolgt; die Ablesung nach der erfolgten Einstellung gibt die Menge der Kohlensäure und des Sauerstoffes zusammengenommen. (Durch gleiche Behandlung des Gases in dem Gefäſse *F* kann noch das Kohlenoxyd absorbiert werden.) Die Absorptionsfähigkeit der Kupferchlorürlösung wird aber schon nach kurzem Gebrauch unsicher. Nach Fischer ist es deshalb vorzuziehen, diese Probe auf Kohlenoxyd nicht auszuführen. Aus diesem Grunde empfiehlt auch Fischer den soeben beschriebenen kleinen Apparat. Sind nennenswerte Mengen Kohlenoxyd vorhanden, so ersieht man dies schon aus dem Gehalt an Kohlensäure und Sauerstoff (s. S. 399). Bei Gegenwart von freiem Sauerstoff kommt übrigens Kohlenoxyd nicht so oft in den Feuergasen vor, wie man meistens auf Grund ungenauer Versuche annimmt.

Sobald die Analyse beendet ist, stellt man den Hahn *c* wieder wagerecht, hebt *L*, öffnet den Quetschhahn und läſst das Wasser in der Bürette bis auf 100 aufsteigen, stellt *c* wieder senkrecht, füllt mittelst *C* die Leitung mit dem zu untersuchenden Gase und nimmt eine neue Probe. Man kann so alle fünf Minuten eine bis auf $^1/_5$ Prozent genaue Analyse ausführen.

Hat man sehr zahlreiche Analysen hintereinander auszuführen, so läſst die Absorptionsgeschwindigkeit nach. Dann entleert man die Ab-

sorptionsgefäfse mit einem kleinen Heber, spült mit destilliertem Wasser aus und füllt sie wieder mit den betreffenden Lösungen.

Durch Unachtsamkeit kann es vorkommen, dafs die Absorptionsflüssigkeit in das Hahnrohr steigt. Ist dies geschehen, so hebt man die Flasche *L*, öffnet den Quetschhahn und spült so durch das destillierte Wasser die Lösung in das Gefäfs zurück. Sollte dies nicht nach Wunsch gelingen, so entfernt man den Schlauch *r* vom Hahn *c*, dreht letzteren halb um und läfst durch Heben von *L* so lange Wasser durch das Hahnrohr und den Hahn *c* ablaufen (die übrigen sind geschlossen), bis dasselbe völlig rein ist. Wird bei dieser Operation das Sperrwasser der Bürette verunreinigt, so mufs es erneuert werden.

Bevor man den Apparat nach der Benutzung zur Seite stellt, müssen sämtliche Glashähne neu mit Vaseline eingefettet werden.

Kohlensaures Natron, Soda.

In der Zuckerindustrie findet das kohlensaure Natron oder die Soda bei der Wiederbelebung der Knochenkohle und auch eventuell bei der Herstellung der Säfte als Ersatz für Kalk Verwendung.

Die Behandlung der Knochenkohle mit Soda bezweckt die Entfernung der organischen Verunreinigungen, sowie die Umsetzung des unlöslichen Kalziumsulfates in leicht lösliches Natriumsulfat. Das dabei entstehende Kalziumkarbonat kann durch darauffolgende Behandlung mit Salzsäure auch leicht entfernt werden.

Auch für andere Zwecke, wie z. B. zur Reinigung des Kesselspeisewassers, findet kohlensaures Natron Verwendung.

Je nach dem angewendeten Fabrikationssystem sind die Produkte der Sodafabrikation von einigermafsen verschiedener Beschaffenheit.

In einer Leblanc-Soda wird z. B. Ätznatron und Schwefelnatrium eventuell vorhanden sein, während diese Verunreinigungen bei der Ammoniaksoda so gut wie ausgeschlossen sind. Letztere kann aber wieder etwas Bikarbonat enthalten, was bei ersterer nicht vorkommt.

Auf Grund der Herstellungsmethoden wird die Leblanc-Soda als Hauptverunreinigung Sulfat, die Ammoniaksoda Chlorid enthalten.

Die Soda kommt in 2 Formen in den Handel und zwar als Kristallsoda oder als kalzinierte Soda. Die erstere besteht im wesentlichen aus dem zehnfachen Hydrat Na_2CO_3, $10\,H_2O$. Liegt letzteres in chemisch reinem Zustande vor, so ist es wie folgt znsammengesetzt:

$$\begin{array}{rl} Na_2O \;\ldots\ldots & = 21{,}71\,\% \\ CO_2 \;\ldots\ldots & = 15{,}37\ \text{„} \\ \hline \text{zusammen} & = 37{,}08\,\%\ Na_2CO_3 \text{ und} \\ & \ 62{,}91\ \text{„}\ \ H_2O. \end{array}$$

Der theoretische Wassergehalt wird selten bei der Kristallsoda des Handels gefunden werden. Da letztere meist bei gewöhnlicher Temperatur getrocknet ist, so wird man stets einen kleinen Wasserüberschufs finden, welcher aber 1 Prozent nie übersteigen sollte.

Liegt die Soda lange Zeit an der Luft, so verwittert sie, d. h. sie gibt Wasser ab. Bei der Analyse derartiger Produkte wird man deshalb stets zu wenig Wasser finden.

Die kalzinierte Soda zeigt folgende Zusammensetzung:

Na_2O . . . . = 58,53 %.
CO_2 . . . . . . = 41,47 „

Die Verunreinigungen der Soda sind, wie schon hervorgehoben wurde, hauptsächlich Natriumsulfat und Chlornatrium. Da nach Lunge ein gewisser Gehalt an Sulfat zur Erzielung harter Kristalle erforderlich ist, so wird selten unter 1 Prozent vorhanden sein. Findet sich ein 2 Prozent übersteigender Prozentgehalt Sulfat vor, so ist dies als unstatthaft zu bezeichnen. Nach demselben Autor soll eine kristallisierte Soda nicht unter 34 Prozent Na_2CO_3 aufweisen, sie wird meistens 35 Prozent zeigen. Verwitterte Ware kann auch noch einen höheren Prozentsatz enthalten.

Aufser diesen beiden erwähnten Verunreinigungen kommen noch weiter Unlösliches, Eisen und Tonerde vor. Diese Körper waren früher bei der ziemlich roh hergestellten gelblichen englischen Kristallsoda häufige Begleiter.

Tabelle XVII.

Spezifische Gewichte von Lösungen von kohlensaurem Natron bei 15° C. (Gerlach-Lunge.)

Spez. Gewicht	Baumé	Gewichtsprozente		1 cbm enthält kg	
		Na_2CO_3	Na_2CO_3, $10H_2O$	Na_2CO_3	Na_2CO_3, $10H_2O$
1,007	1	0,67	1,807	6,8	18,2
1,014	2	1,33	3,587	13,5	36,4
1,022	3	2,09	5,637	21,4	57,6
1,029	4	2,76	7,444	28,4	76,6
1,036	5	3,43	9,251	35,5	95,8
1,045	6	4,29	11,570	44,8	120,9
1,052	7	4,94	13,323	52,0	140,2
1,060	8	5,71	15,400	60,5	163,2
1,067	9	6,37	17,180	68,0	183,3
1,075	10	7,12	19,203	76,5	206,4
1,083	11	7,88	21,252	85,3	230,2
1,091	12	8,62	23,248	94,0	253,6
1,100	13	9,43	25,432	103,7	279,8
1,108	14	10,19	27,482	112,9	304,5
1,116	15	10,95	29,532	122,2	329,6
1,125	16	11,81	31,851	132,9	358,3
1,134	17	12,61	34,009	143,0	385,7
1,142	18	13,16	35,493	150,3	405,3
1,152	19	14,24	38,405	164,1	442,4

Wassergehalt.

Zur Bestimmung des Wassers wägt man ca. 5 g in einem gewogenen Platintiegel genau aus und erhält fünf Minuten lang bei schwacher Rotglut. Nach dem Erkalten wird wiederum gewogen, die Differenz der Wägungen als Wasser angegeben und auf Prozente umgerechnet. Kalzinierte Soda, wie sie bei richtiger Behandlung aus den Kalzinier- oder Trockenöfen kommt und verpackt wird, zeigt einen Glühverlust von stets unter 0,1 Prozent.

Bestimmung des Titers der Soda.

Die Bestimmung des Titers der Soda erfolgt nach Lunge's Taschenbuch nach der Vereinbarung der deutschen Sodafabrikanten folgendermafsen:[1])

„Der alkalimetrische Gehalt der Soda wird stets nach dem Glühen bestimmt und für den geglühten (trockenen) Zustand angegeben; dies ist der eigentliche mafsgebende Titer. Zur Analyse werden 2,65 g abgewogen, aufgelöst und ohne Filtration titriert; jeder ccm Normalsäure zeigt 2 Prozent Na_2CO_3 an.

Als Normalsäure wendet man Salzsäure an, die im Liter 36,5 g HCl enthält und auf chemisch reines Natriumkarbonat gestellt, sowie mit Silbernitrat kontrolliert ist (siehe Anhang). Als Indikator dient Lackmustinktur mit längerem Kochen oder bequemer (und bei Anwendung von Glasgefäfsen genauer) Methylorange in der Kälte.

Nack Böckmann[2]) ist der geeignetste Indikator für den vorliegenden Fall entschieden Methylorange. Zur Titration wird entweder Normal-Salzsäure oder Schwefelsäure verwendet. Die Säure ist so eingestellt, dafs 5 g chemisch reine Soda durch genau 50 ccm Säure neutralisiert werden. Wägt man demnach 5 g Soda ab, so findet man den Titer derselben durch einfache Multiplikation der verbrauchten Kubikzentimeter mit 2.

Nach Lunge's Taschenbuch wägt man am besten 26,5 g der Soda ab, löst die Menge zu 500 ccm und bestimmt in je 50 ccm den Titer. Die verbrauchten Kubikzentimeter geben mit 2 multipliziert sogleich Prozente Na_2CO_3 an.

[1]) Lunge, Chemisch-technische Unters. I, 393.

[2]) Böckmann, Chemisch-technische Unters., 3 Aufl., I, 381.

Bestimmung des Ätznatrons.

Ätznatron, welches nur in unvollständig karbonierter Leblanc-Soda vorkommen kann, wird folgendermafsen bestimmt: 10 g Soda werden in einem 100 ccm-Kolben mit überschüssiger Chlorbaryumlösung versetzt und mit kochendem Wasser zur Marke aufgefüllt, umgeschüttelt und verkorkt. Nach einigen Minuten ist der Niederschlag klar abgesetzt, worauf 50 ccm der überstehenden klaren Flüssigkeit ohne Filtration herausgenommen werden und nach dem Abkühlen mit Methylorange und Normal-Salzsäure titriert werden. Wendet man als Indikator Lackmus oder Phenolphtaleïn an, so kann man die Flüssigkeit gleich mit Niederschlag titrieren. Der Farbenumschlag tritt ein, sobald alles Ätzkali gesättigt ist.

Ein jeder Kubikzentimeter zeigt 0,040 g $NaOH$ in 1 g, d. h. in der wirklich angewendeten Menge Soda an.

Natriumsulfat.

5 g Soda werden mit Salzsäure schwach sauer gemacht, heifs mit Chlorbaryumlösung versetzt und der eventuell entstehende Niederschlag nach 24stündigem Stehen abfiltriert. Der Rückstand wird geglüht und gewogen. Jeder Gewichtsteil Baryumsulfat entspricht 0,6094 Natriumsulfat.

Natriumchlorid.

Die Bestimmung des Natriumchlorides geschieht durch Titration mit $^1/_{10}$ Normal-Silberlösung. Zu dem Zwecke wägt man 5 g der Soda ab, löst in Wasser, neutralisiert genau mit $^1/_1$ Normal-Salpetersäure (man setzt die gleiche Menge $^1/_1$ Normal-Salpetersäure wie beim Ätznatron für HCl oder H_2SO_4 hinzu) und titriert mit $^1/_{10}$ Normal-Silberlösung mit neutralchromsaurem Kali (siehe S. 289) als Indikator.

Ein jeder Kubikzentimeter der $^1/_{10}$ Silberlösung entspricht 0,00585 g Chlornatrium.

Kaustische Soda, Ätznatron.

Die kaustische Soda wird zu denselben Zwecken benutzt wie die gewöhnliche Soda oder das kohlensaure Natron. Die Ermittelung der Verunreinigungen erfolgt fast in genau derselben Weise, wie es bei dem kohlensauren Natron angegeben wurde.

Da die zur Untersuchung vorliegenden Muster selbst in gut schliefsenden Flaschen an der Oberfläche Feuchtigkeit und Kohlensäure anziehen, so mufs die hierdurch entstehende blinde Kruste vor dem Abwägen der Proben abgekratzt werden.

Böckmann empfiehlt ein vorheriges oberflächliches Pulvern der Probe, jedoch ist diese Methode nach Lunge fehlerhaft, da trotz aller Eile beim Pulvern durch Anziehung von Wasser und Kohlensäure Fehler verursacht werden können, welche bis 1 Prozent und darüber grofs sein können.

Zu den einzelnen Bestimmungen löst man 50 g der kaustischen Soda zu einem Liter und verwendet von dieser Lösung bestimmte Mengen.

Wasser.

Nach Böckmann kann Ätznatron bis zu 30 Prozent Wasser enthalten. Es wird dies namentlich der Fall sein, wenn die Proben längere Zeit schlecht verschlossen aufbewahrt werden.

Will man den Wassergehalt in einem Porzellantiegel durch direktes Erhitzen feststellen, so erleidet man einen Verlust, da durch den feinen Sprühregen, welcher bei dem Glühen durch die Wasserdämpfe entsteht, feste Substanz mit fortgerissen wird.

Ebenso ist es nicht möglich, das Wasser durch Trocknen im Trockenschranke bei 140° C. zu bestimmen, denn hier würde man infolge Bildung von Karbonat fast regelmäfsig eine Gewichtszunahme erhalten.

Nach Böckmann erfolgt die Wasserbestimmung am besten folgendermafsen:

„Ein kleiner, vollkommen ausgetrockneter Erlenmeyer-Kolben (Höhe 14—15 cm, Kapazität ca. $^1/_4$ l) wird mit einem aufgesetzten, ebenfalls trockenen Trichter abgewogen. Alsdann führt man etwa 5 g Ätznatron, welches gerade den Boden des Kolbens bei den angegebenen Dimensionen in dünner Schicht bedecken wird, ein und stellt das genaue Gewicht durch abermaliges Wägen des Kolbens mit aufgesetztem Trichter fest. Nun bringt man den Kolben auf ein vorher angezündetes transportables Sandbad auf Vierfufs mit Brennerkranz von den Dimensionen 40 . 20 cm, dessen Sandtemperatur etwa 140—150° betragen wird und das bequem Platz für 8 solcher Erlenmeyer-Kolben bietet.

Der Trichter bleibt stets aufgesetzt, um Kohlensäure-Absorption zu verhindern. Das Wasser beginnt sich alsbald zu verflüchtigen und setzt sich vorläufig an der oberen Kolbenwandung fest. Nach 3—4 Stunden ist alle Feuchtigkeit verschwunden. Nun nimmt man den Kolben vom Sandbad und läfst ihn mit dem aufgesetzten Trichter an freier Luft auf einer Marmor- oder einer dicken Glasplatte erkalten und wägt. Aus der Differenz berechnet man den Prozentgehalt an Wasser."

Gesamttiter.

Den Gesamttiter des Ätznatrons bestimmt man in einer Auflösung von 2,5 g Substanz oder in 50 ccm der obigen Lösung durch Titration mit $^1/_1$ Normal-Salzsäure und Methylorange als Indikator.

Zur Bestimmung des Ätznatrons allein verfährt man in der bei dem kohlensauren Natron angegebenen Weise (S. 408) durch Titration mit Phenolphtaleïn und Salzsäure nach Zusatz von überschüssigem Chlorbaryum.

Nach Lunge arbeitet man, wenn auch nicht ganz so zuverlässig, folgendermafsen: Man titriert 50 ccm obiger Lösung zuerst mit Salzsäure und Phenolphtaleïn, bis die rote Färbung eben verschwunden ist, was eintritt, wenn das vorhandene Na_2CO_3 in $NaHCO_3$ übergegangen ist; hierzu braucht man n ccm. Dann setzt man Methylorange hinzu und titriert weiter bis zum Auftreten der Rotfärbung, wobei man im ganzen m ccm Säure verbraucht; 2 m entspricht dann dem vorhandenen Na_2CO_3 oder $n - m$ dem vorhandenen $NaOH$.

Die Bestimmung der Verunreinigungen erfolgt in genau derselben Weise, wie unter „Kohlensaurem Natron" angegeben.

Liegen fertige Laugen zur Untersuchung vor, so wägt man ein beliebiges Quantum in einem gut schliefsenden Wägegläschen aus und verwendet es zur Analyse.

Tabelle XVIII.

Gehalt von Ätznatronlaugen nach dem spezifischen Gewicht bei 15°.

Spez. Gewicht	Baumé	Twaddel	% Na_2O	% $NaOH$	1 cbm enthält kg Na_2O	1 cbm enthält kg $NaOH$	Spez. Gewicht	Baumé	Twaddel	% Na_2O	% $NaOH$	1 cbm enthält kg Na_2O	1 cbm enthält kg $NaOH$
1,007	1	1,4	0,47	0,61	4	6	1,220	26	44,0	15,18	19,58	185	239
1,014	2	2,8	0,93	1,20	9	12	1,231	27	46,2	15,96	20,59	196	253
1,032	3	4,4	1,55	2,00	16	21	1,241	28	48,2	16,76	21,42	208	266
1,029	4	5,8	2.10	2,71	22	28	1,252	29	50,4	17,55	22,64	220	283
1,036	5	7,2	2,60	3,35	27	35	1,263	30	52,6	18,35	23,67	232	299
1,045	6	9,0	3,10	4,00	32	42	1,274	31	54,8	19,23	24,81	245	316
1,052	7	10,4	3,60	4,64	38	49	1,285	32	57,0	20,00	25,80	257	332
1,060	8	12,0	4,10	5,29	43	56	1,297	33	59,4	20,80	26,83	270	348
1,067	9	13,4	4,55	5,87	49	63	1,308	34	61,6	21,55	27,80	282	364
1,075	10	15,0	5,08	6,55	55	70	1,320	35	64,0	22,35	28,83	295	381
1,083	11	16,6	5,67	7,31	61	79	1,332	36	66,4	23,20	29,93	309	399
1,091	12	18,2	6,20	8,00	68	87	1,345	37	69,0	24,20	31,22	326	420
1,100	13	20,0	6,73	8,68	74	95	1,357	38	71,4	25,17	32,47	342	441
1,108	14	21,6	7,30	9,42	81	104	1,370	39	74,0	26,12	33,69	359	462
1,116	15	23,2	7,80	10,06	87	112	1,383	40	76,6	27,10	34,96	375	483
1,125	16	25,0	8,50	10,97	96	123	1,397	41	79,4	28,10	36,25	392	506
1,134	17	26,8	9,18	11,84	104	134	1,410	42	82,0	29,05	37,47	410	528
1,142	18	28,4	9,80	12,64	112	144	1,424	43	84,8	30,08	38,80	428	553
1,152	19	30,4	10,50	13,55	121	156	1,438	44	87,6	31,00	39,99	446	575
1,162	20	32,4	11,14	14,37	129	167	1,453	45	90,6	32,10	41,41	466	602
1,171	21	34,2	11,73	15,13	137	177	1,468	46	93,6	33,20	42,83	487	629
1,180	22	36,0	12,33	15,91	146	188	1,483	47	96,6	34,40	44,38	510	658
1,190	23	38,0	13.00	16,77	155	200	1,498	48	99,6	35,70	46,15	535	691
1,200	24	40,0	13,70	17,67	164	212	1,515	49	102,8	36,90	47,60	559	721
1,210	25	42,0	14,40	18,58	174	225	1,530	50	106,0	38,00	49,02	581	750

Tabelle XIX.

Tabelle der Handelsgrade der Soda.

Gay-Lussac's Grade % Na_2O	Deutsche Grade % Na_2CO_3	Englische (Newcastler) Grade	Französische (Descroizilles) Grade	Gay-Lussac's Grade % Na_2O	Deutsche Grade % Na_2CO_3	Englische (Newcastler) Grade	Französische (Descroizilles) Grade	Gay-Lussac's Grade % Na_2O	Deutsche Grade % Na_2CO_3	Englische (Newcastler) Grade	Französische (Descroizilles) Grade
0,5	0,85	0,51	0,79	26,5	45,31	26,85	41,88	52,5	89,76	53,19	82,98
1	1,81	1,01	1,58	27	46,17	27,35	42,67	53	90,61	53,70	83,77
1,5	2,56	1,52	2,37	27,5	47,02	27,86	43,46	53,5	91,47	54,20	84,56
2	3,42	2,03	3,16	28	47,88	28,36	44,25	54	92,32	54,71	85,35
2,5	4,27	2,54	3,95	28,5	48,73	28,87	45,04	54,5	93,18	55,22	86,14
3	5,13	3,04	4,74	29	49,59	29,38	45,83	55	94,03	55,72	86,93
3,5	5,98	3,55	5,53	29,5	50,44	29,89	46,62	55,5	94,89	56,23	87,72
4	6,84	4,05	6,32	30	51,29	30,39	47,42	56	95,74	56,74	88,52
4,5	7,69	4,56	7,11	30,5	52,14	30,90	48,21	56,5	96,60	57,24	89,31
5	8,55	5,06	7,90	31	53,00	31,41	49,00	57	97,45	57,75	90,10
5,5	9,40	5,57	8,69	31,5	53,85	31,91	49,79	57,5	98,31	58,26	90,89
6	10,26	6,08	9,48	32	54,71	32,42	50,88	58	99,16	58,76	91,68
6,5	11,11	6,59	10,27	32,5	55,56	32,92	51,37	58,5	100,02	59,27	92,47
7	11,97	7,09	11,06	33	56,42	33,43	52,16	59	100,87	59,77	93,26
7,5	12,82	7,60	11,85	33,5	57,27	33,94	52,95	59,5	101,73	60,28	94,05
8	13,68	8,10	12,64	34	58,13	34,44	53,74	60	102,58	60,79	94,84
8,5	14,53	8,61	13,43	34,5	58,98	34,95	54,53	60,5	103,44	61,30	95,63
9	15,39	9,12	14,22	35	59,84	35,46	55,32	61	104,30	61,80	96,42
9,5	16,24	9,63	15,01	35,5	60,69	35,96	56,11	61,5	105,15	62,31	97,21
10	17,10	10,13	15,81	36	61,55	36,47	56,90	62	106,01	62,82	98,00
10,5	17,95	10,64	16,80	36,5	62,40	36,98	57,69	62,5	106,86	63,32	98,79

11	18,81	11,14	17,39	37	63,26	37,48	58.48	63	107,72	63,83	99.58
11,5	19,66	11,65	18,18	37,5	64,11	37,98	59,27	63,5	108,57	64,33	100,37
12	20,52	12,17	18,97	38	64,97	38,50	60,06	64	109,43	64,84	101,16
12,5	21,37	12,68	19,76	38,5	65,82	39,00	60,85	64,5	110,28	65,35	101,95
13	22,23	13,17	20,55	39	66,68	39,51	61,64	65	111,14	65,85	102,74
13,5	23,08	13,68	21,34	39,5	67,53	40,02	62,43	65,5	111,99	66,36	103,53
14	23,94	14,18	22,13	40	68,39	40,52	63,22	66	112,85	66,87	104,32
14,5	24,79	14,69	22,92	40,5	69,24	41,03	64,01	66,5	113,70	67,37	105,11
15	25,65	15,19	23,71	41	70,10	41,54	64,81	67	114,56	67,88	105,90
15,5	26,50	15,70	24,50	41,5	70,95	42,04	65,60	67,5	115,41	68,39	106,69
16	27,36	16,21	25,29	42	71,81	42,55	66,39	68	116,27	68,89	107,48
16,5	28,21	16,73	26,08	42,5	72,66	43,06	67,18	68,5	117,12	69,40	108,27
17	29,07	17,22	26,87	43	73,52	43,57	67,97	69	117,98	69,91	109,06
17,5	29,92	17,73	27,66	43,5	74,37	44,07	68,76	69,5	118,83	70,41	109,85
18	30,78	18,23	28,45	44	75,23	44,58	69,55	70	119,69	70,92	110,64
18,5	31,63	18,74	29,24	44,5	76,08	45,08	70,34	70,5	120,53	71.43	111,43
19	32,49	19,25	30,02	45	76,94	45,59	71,13	71	121,39	71,93	112,23
19,5	33,34	19,76	30,82	45,5	77,80	46,10	71,92	71,5	122,24	72,44	113,02
20	34,20	20,26	31,61	46	78,66	46,60	72,71	72	123,10	72,95	113,81
20,5	35,05	20,77	32,40	46,5	79,51	47,11	73,50	72,5	123,95	73,45	114,60
21	35,91	21,27	33,19	47	80,37	47,62	74,29	73	124,81	73,96	115,39
21,5	36,76	21,78	33,98	47,5	81,22	48,12	75,08	73,5	125,66	74,74	116,18
22	37,62	22,29	34,77	48	82,07	48,63	75,87	74	126,52	74,97	116,97
22,5	38,47	22,80	35,56	48,5	82,93	49,14	76,66	74,5	127,37	75,48	117,76
23	39,33	23,30	36,35	49	83,78	49,64	77,45	75	128,23	75,99	118,55
23,5	40,18	23,81	37,14	49,5	84,64	50,15	78,24	75,5	129,08	76,49	119,34
24	41,04	24,31	37,93	50	85,48	50,66	79,03	76	129,91	77,00	120,13
24,5	41,89	24,82	38,72	50,5	86,34	51,16	79,82	76,5	130,79	77,51	120,92
25	42,75	25,32	39,51	51	87,19	51,67	80,61	77	131,65	78,01	121,71
25,5	43,60	25,83	40,30	51,5	88,05	52,18	81,40	77,5	132,50	78,52	122,50
26	44,46	26,34	41,09	52	88,90	52,68	82,19				

In der vorstehenden Tabelle XVIII findet sich der Gehalt der Ätznatronlauge an reinem *NaOH*. Technische Laugen werden jedoch mehr oder weniger von den Eigenschaften der reinen Lösungen abweichen.

(Hierher Tabelle XVIII, S. 411.)

Der Gesamttiter oder die Gesamtalkalität (das nutzbare Natron) wird im Handel verschieden angegeben; so berechnet man denselben in Deutschland auf Prozent Natriumkarbonat, in England nominell auf Prozent Na_2O, worunter man alles was auf die Normalsäure wirkt, also Hydrat, Karbonat, Silikat, Aluminat, versteht. Man nennt diese Bezeichnung gewöhnlich „englische Grade". In Frankreich und Belgien rechnet man nach Graden „Descroizilles". Es ist dies eine Bewertung der Produkte ohne Rücksicht auf die Form des Alkalis. Die Titration erfolgt mit „Descroizilles Schwefelsäure", welche 100 g H_2SO_4 im Liter enthält.

In der vorstehenden Tabelle XIX finden sich die verschiedenen Bezeichnungen der Grade der Gesamtalkalität zum Vergleiche zusammengestellt.[1])

(Hierher Tabelle XIX, S. 412 und 413.)

[1]) Lunge, Chemisch-technische Untersuchungen Bd. I, 397.

Salzsäure.

In der Zuckerindustrie findet die Salzsäure bei der Wiederbelebung der Knochenkohle ausgedehnte Verwendung. Da die Salzsäure in dem „rohen“ Zustande, wie sie benutzt wird, mehr oder weniger verunreinigt ist, so ist auf die Bestimmung dieser Verunreinigungen, besonders Schwefelsäure und Arsen, Gewicht zu legen. Die gelbe Farbe der Salzsäure rührt von Eisenchlorid her.

Die für die Zuckerindustrie wichtigen Prüfungen erstrecken sich auf die Bestimmung der Stärke der Säure und auf die Ermittelung der Schwefelsäure- und Arsenmengen.

Stärke der Salzsäure.

Die Stärke der Salzsäure wird in den meisten Fällen nur mit dem Aräometer bestimmt. Zu genaueren Bestimmungen ermittelt man das spezifische Gewicht mit der Senkwage oder dem Pyknometer.

Als Aräometer wird vielfach das Twaddell'sche Aräometer benutzt. Die Skala desselben hat den praktischen Vorteil, dafs die Grade Twaddell bei den Salzsäuren gewöhnlicher Stärke beinahe auch Prozente HCl angeben. In der Tabelle von Lunge und Marchlewski[1]) ersieht man aus dem spezifischen Gewicht reiner Salzsäure die entsprechenden Baumé- und Twaddell-Grade, sowie die Prozentgehalte bei 18, 19, 20, 21 und 22 grädigen Säuren, wie auch ferner die im Liter Säure enthaltenen Gewichte HCl und der oben genannten Säuren (18—20^{0} Bé.), alles bei 15^{0} C.

Will man die Stärke einer vorliegenden Säure bei einer anderen zwischen 13 und 17^{0} liegenden Temperatur vornehmen und die Angaben auf 15^{0} reduzieren, so zieht man für jeden Grad unter 15^{0} den entsprechenden, in folgender kleinen Tabelle[2]) auffindbaren Wert ab. War die Temperatur über 15^{0}, so wird zugezählt:

[1]) Zeitschr. f. angew. Chemie 1891, 135.

[2]) Lunge, Chemisch-technische Unters. I, 356.

Spez. Gew.	1,000 — 1,040	:	± 0,0002
„ „	1,041 — 1,085	:	± 0,0003
„ „	1,086 — 1,120	:	± 0,0004
„ „	1,121 — 1,155	:	± 0,0005
„ „	1,156 — 1,200	:	± 0,0006.

Nach Liebig[1]) korrigiert man die Baumé-Angaben für jeden Grad über oder unter 15⁰ mit den folgenden Faktoren:

Salzsäure von	0 — 4⁰	Bé.	± 0,07⁰ Bé.
„ „	4—18⁰	„	± 0,06⁰ „
„ „	18—20⁰	„	± 0,05⁰ „

Schwefelsäure.

Die quantitative Bestimmung der Schwefelsäure erfolgt gewichtsanalytisch so, dafs 100 ccm der Salzsäure mit reiner Soda oder auch mit Natronlauge beinahe neutralisiert werden und dann in der mit weiteren 100 ccm Wasser verdünnten Lösung die Schwefelsäure mit Chlorbaryum gefällt wird. Jedes Gramm Baryumsulfat entspricht 0,3435 g SO_3. Die so gefundenen Mengen SO_3 sind Volumprozente. Will man Gewichtsprozente angeben, so ist bei der Berechnung das spezifische Gewicht der Salzsäure zu berücksichtigen.

Arsen.

Die qualitative Prüfung einer Rohsalzsäure auf Arsen geschieht so, dafs man eine Mischung von gleichen Teilen Salzsäure und Wasser vorsichtig mit frisch hergestelltem Schwefelwasserstoffwasser überschichtet. Ist Arsen vorhanden, so entsteht nach einstündigem Stehen an der Berührungsstelle eine mehr oder weniger starke gelbe Färbung oder Ausscheidung.

Sehr empfindlich und zu gleicher Zeit rasch ausführbar ist die Hager'sche Kramatomethode.[2]) Man verdünnt einige Kubikzentimeter der Salzsäure mit dem zweifachen Volumen Wasser und versetzt mit wenig

[1]) Post. Chemisch-technische Analyse I, 768.
[2]) Pharm. Zentralbl. 1884, 265.

oxalsaurem Ammon. Ein Tropfen der Flüssigkeit wird auf einem (vorher mit nassem Sand blankgeriebenen und dann getrockneten) Messingblech eingetrocknet und hierauf nur so weit erhitzt, dafs kein Ammonsalz zur Verdampfung gelangt. Ein grauer oder bei mehr Arsen roter bis schwarzer Fleck zeigt die Gegenwart des Arsens an.

Die quantitative Bestimmung des Arsens erfolgt nach Kretschmar[1]) folgendermafsen: Die Salzsäure wird stark verdünnt, mit etwas Ammoniak versetzt. Hierauf fügt man etwas gelbes Schwefelammonium hinzu, übersättigt mit chemisch reiner Salzsäure und leitet unter Erwärmen im Wasserbade zwei Stunden lang einen lebhaften Strom Schwefelwasserstoff durch die Flüssigkeit. Nach dieser Zeit ist die Fällung beendet. Das Schwefelarsen wird ausgewaschen, mit Kalilauge und Chlor oder vorteilhafter mit Kalilauge und Brom in Lösung gebracht und aus schwach saurer Lösung mit Ammoniak und Magnesiamixtur gefällt und als Magnesiumpyroarseniat bestimmt. Faktor siehe Anhang.

---

[1]) Chem. Ztg. 1891, 269.

Tabelle XX.

Volumgewichte von Salzsäuren verschiedener Konzentration. (Nach Lunge und Marchlewski.)

Volumgewicht bei $\frac{15^0}{4^0}$ (luftl. R.)	Grad Baumé	Grad Twaddel	100 Gewichtsteile entsprechen bei chemisch reiner Säure:						1 l enthält kg:					
			% HCl	% 18 gräd. Säure	% 19 gräd. Säure	% 20 gräd. Säure	% 21 gräd. Säure	% 22 gräd. Säure	HCl	Säure von 18° Bé.	Säure von 19° Bé.	Säure von 20° Bé.	Säure von 21° Bé.	Säure von 22° Bé.
1,000	0,0	0	0,16	0,57	0,53	0,49	0,47	0,45	0,0016	0,0057	0,0053	0,0049	0,0047	0,0045
1,005	0,7	1	1,15	4,08	3,84	3,58	3,42	3,25	0,012	0,041	0,039	0,036	0,034	0,033
1,010	1,4	2	2,14	7,60	7,14	6,66	6,36	6,04	0,022	0,077	0,072	0,076	0,064	0,061
1,015	2,1	3	3,12	11,08	10,41	9,71	9,27	8,81	0,032	0,113	0,106	0,099	0,094	0,089
1,020	2,7	4	4,13	14,67	13,79	12,86	12,27	11,67	0,042	0,150	0,141	0,131	0,125	0,119
1,025	3,4	5	5,15	18,30	17,19	16,04	15,30	14,55	0,053	0,188	0,176	0,164	0,157	0,149
1,030	4,1	6	6,15	21,85	20,53	19,16	18,27	17,38	0,064	0,225	0,212	0,197	0,188	0,179
1,035	4,7	7	7,15	25,40	23,87	22,27	21,25	20,20	0,074	0,263	0,247	0,231	0,220	0,209
1,040	5,4	8	8,16	28,99	27,24	25,42	24,25	23,06	0,085	0,302	0,283	0,264	0,252	0,240
1,045	6,0	9	9,16	32,55	30,58	28,53	27,22	25,88	0,096	0,340	0,320	0,298	0,284	0,270
1,050	6,7	10	10,17	36,14	33,95	31,68	30,22	28,74	0,107	0,380	0,357	0,333	0,317	0,302
1,055	7,4	11	11,18	39,73	37,33	34,82	33,22	31,59	0,118	0,419	0,394	0,367	0,351	0,333
1,060	8,0	12	12,19	43,32	40,70	37,97	36,23	34,44	0,129	0,459	0,431	0,403	0,384	0,365
1,065	8,7	13	13,19	46,87	44,01	41,09	39,20	37,27	0,141	0,499	0,469	0,438	0,418	0,397
1,070	9,4	14	14,17	50,35	47,31	44,14	42,11	40,04	0,152	0,539	0,506	0,472	0,451	0,428
1,075	10,0	15	15,16	53,87	50,62	47,22	45,05	42,84	0,163	0,579	0,544	0,508	0,484	0,460
1,080	10,6	16	16,15	57,39	53,92	50,31	47,99	45,63	0,174	0,620	0,582	0,543	0,518	0,493
1,085	11,2	17	17,13	60,87	57,19	53,36	50,90	48,40	0,186	0,660	0,621	0,579	0,552	0,523

1,090	11,9	18	18,11	64,35	60,47	56,41	53,82	51,17	0,197	0,701	0,659	0,615	0,587	0,558
1,095	12,4	19	19,06	67,73	63,64	59,37	56,64	53,86	0,209	0,742	0,697	0,650	0,620	0,590
1,100	13,0	20	20,01	71,11	66,81	62,33	59,46	56,54	0,220	0,782	0,735	0,686	0,654	0,622
1,105	13,6	21	20,97	74,52	70,01	65,32	62,32	59,26	0,232	0,823	0,774	0,722	0,689	0,655
1,110	14,2	22	21,92	77,89	73,19	68,28	65,14	61,94	0,243	0,865	0,812	0,758	0,723	0,687
1,115	14,9	23	22,86	81,23	76,32	71,21	67,93	64,60	0,255	0,906	0,851	0,794	0,757	0,719
1,120	15,4	24	23,82	84,64	79,53	74,20	70,79	67,31	0,267	0,948	0,891	0,831	0,793	0,754
1,125	16,0	25	24,78	88,06	82,74	77,19	73,74	70,02	0,278	0,991	0,931	0,868	0,828	0,788
1,130	16,5	26	25,75	91,50	85,97	80,21	76,52	72,76	0,291	1,034	0,972	0,906	0,865	0,822
1,135	17,1	27	26,70	94,88	89,15	83,18	79,34	75,45	0,303	1,077	1,011	0,944	0,901	0,856
1,140	17,7	28	27,66	98,29	92,35	86,17	82,20	78,16	0,315	1,121	1,053	0,982	0,937	0,891
1,142	18,0		28,14	100,00	93,95	87,66	83,62	79,51	0,322	1,143	1,073	1,002	0,955	0,908
1,145	18,3	29	28,61	101,67	95,52	89,13	85,02	80,84	0,328	1,164	1,094	1,021	0,973	0,926
1,150	18,8	30	29,57	105,08	98,73	92,11	87,87	83,55	0,340	1,208	1,135	1,059	1,011	0,961
1,152	19,0		29,95	106,43	100,00	93,30	89,01	84,63	0,345	1,226	1,152	1,075	1,025	0,975
1,155	19,3	31	30,55	108,58	102,00	95,17	90,79	86,32	0,353	1,254	1,178	1,099	1,049	0,997
1,160	19,8	32	31,52	112,01	105,24	98,19	93,67	89,07	0,366	1,299	1,221	1,139	1,087	1,033
1,163	20,0		32,10	114,07	107,17	100,00	95,39	90,70	0,373	1,326	1,246	1,163	1,109	1,054
1,165	20,3	33	32,49	115,46	108,48	101,21	96,55	91,81	0,379	1,345	1,264	1,179	1,125	1,070
1,170	20,9	34	33,46	118,91	111,71	104,24	99,43	94,55	0,392	1,391	1,307	1,220	1,163	1,106
1,171	21,0		33,65	119,58	112,35	104,82	100,00	95,09	0,394	1,400	1,316	1,227	1,171	1,113
1,175	21,4	35	34,42	122,32	114,92	107,22	102,28	97,26	0,404	1,437	1,350	1,260	1,202	1,143
1,180	22,0	36	35,39	125,76	118,16	110,24	105,17	100,00	0,418	1,484	1,394	1,301	1,241	1,180
1,185	22,5	37	36,31	129,03	121,23	113,11	107,90	102,60	0,430	1,529	1,437	1,340	1,279	1,216
1,190	23,0	38	37,23	132,30	124,30	115,98	110,63	105,20	0,443	1,574	1,479	1,380	1,317	1,252
1,195	23,5	39	38,16	135,61	127,41	118,87	113,40	107,83	0,456	1,621	1,523	1,421	1,355	1,289
1,200	24,0	40	39,11	138,98	130,58	121,84	116,22	110,51	0,469	1,667	1,567	1,462	1,395	1,326

V.

Landwirtschaftlicher Teil.

Rübensamen.

Von der Abteilung der Rohzuckerfabriken des Vereins der deutschen Zuckerindustrie wurden 1901 folgende Normen für den Zuckerrübenhandel veröffentlicht:

Der Rübensamen ist in guter und gesunder Beschaffenheit zu liefern und mufs den folgenden Normen entsprechen:

1. 1 kg Rübensamen soll in 14 Tagen wenigstens 70000 Keime liefern.
2. Hiervon müssen in 6 Tagen wenigstens 46000 Keime ausgetrieben sein.
3. Von 100 Samenknäulen müssen mindestens 75 gekeimt haben.
4. Der Wassergehalt ist bis 15 Prozent einschliefslich normal; bis 17 Prozent einschliefslich bleibt die Waare noch lieferbar, es ist jedoch bei über 15—17 Prozent ein dem Gewichte des Wassers entsprechender Prozentsatz zu vergüten.
5. Fremde Bestandteile sind bis 3 Prozent einschliefslich gestattet; bis 5 Prozent einschliefslich bleibt die Ware noch lieferbar, es ist aber bei über 3—5 Prozent ein dem Gewichte der fremden Bestandteile entsprechender Prozentsatz zu vergüten.
6. Die Verletzung auch nur einer der Normen von 1—5 macht die Ware zu einer nicht lieferbaren.
7. Differenzen bei Untersuchungen werden endgültig entschieden durch das Mittel zwischen einer neuen Untersuchung seitens der Station, welche die angegriffene Untersuchung gemacht, und einer vom Vereinslaboratorium vorzunehmenden Untersuchung.

Die *Wiener Normen* für Zuckerrübensamen[1]) lauten folgendermafsen:

A. *Grenzwerte*, d. h. solche, bei welchen *jedes Prozent Minderwert* entsprechend vergütet werden mufs:

1. Der Zuckerrübensamen darf an Verunreinigungen (Blättern, Stengelstücken, Erde, Steinchen usw.) nicht mehr als 3 Prozent enthalten.

[1]) Gelbe Hefte 1896, 898.

2. Der Feuchtigkeitsgehalt soll 15 Prozent nicht übersteigen.
3. Der Zuckerrübensamen soll in 6 Tagen (vorläufige Mitteilung) wenigstens 125 Keime von 100 (reinen) Knäulen ausgetrieben haben.
4. Nach Abschlufs des Keimversuches (12 Tage bei intermittierender Erwärmung) soll der Rübensamen von 100 (reinen) Knäulen mindestens 150 kräftig entwickelte Keime ausgetrieben haben.
5. Unter 100 (reinen) Knäulen sollen mindestens 80 vollkommen keimfähig sein.
6. 1 kg reiner und lufttrockener[1]) Knäule soll mindestens 70000[2]) Keime liefern.

B. Nur bei *solchen Rübensamen*, bei welchen bessere als die oben angeführten Zahlen garantiert worden sind, werden im Falle einer Differenz im Resultate der Nachuntersuchung gegenüber der Garantie folgende Werte (Latitüden) entsprechend eingerechnet:

1. bei den fremden Bestandteilen 1 Prozent;
2. bei dem Wassergehalt 2 Prozent;
3. bei der Keimfähigkeit 10 Keime, unter der Voraussetzung, dafs dieselbe nicht weniger als 150 Keime beträgt;
4. bei den keimfähigen Knäulen 4 Prozent;
5. bei der Zahl der Keime von 1 kg der reinen Ware 1200 Keime.

C. *Nichtlieferbar* (mit Rücksicht auf die obigen Beurteilungsmomente) *ist ein Rübensamen:*

1. wenn er mehr als 4 Prozent Verunreinigungen enthält;
2. wenn er mehr als 17 Prozent Feuchtigkeitsgehalt aufweist;
3. wenn 100 (reine) Knäule nach Abschlufs des Keimversuches (12 Tage bei intermittierender Erwärmung) weniger als 140 Keime ausgetrieben haben oder wenn 1 kg reiner und lufttrockener Knäule weniger als 68800 Keime liefert;
4. wenn von 100 (reinen) Knäulen weniger als 76 keimfähig sind.

---

[1]) Als lufttrocken betrachten wir einen Rübensamen, welcher nach 24 stündiger Aufbewahrung in offenen Glasgefäfsen in einem Lokale mit 18° C. Lufttemperatur und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 52 Prozent noch einen Feuchtigkeitsgehalt von 10 Prozent besitzt.

[2]) Berechnet mit Zugrundelegung einer Durchschnittsware mit 46600 Knäulen in 1 kg reiner und lufttrockener Knäule.

Ausführung der Bestimmungen.

Fremde Bestandteile (Blätter, Stengelstückchen, Erde, Steinchen usw.).

Zur Bestimmung der fremden Bestandteile im Rübensamen wiegt man 100 oder 150 g in einem Becherglase ab, breitet den Samen darauf auf einem Bogen glatten Papiers aus und sucht die Verunreinigungen heraus. Die in einer gewogenen Porzellanschale gesammelten Verunreinigungen werden gewogen und aus dem Mehrgewicht die Prozente an fremden Bestandteilen berechnet.

Feuchtigkeit.

10—15 g Rübensamen werden in einem Wägegläschen im Trockenschrank bis zur Gewichtskonstanz bei 110° C. getrocknet. Aus dem Gewichtsverlust wird die Feuchtigkeit in bekannter Weise berechnet.

Bestimmung der Keimfähigkeit.

Die Keimfähigkeit des Rübensamens wird in der Weise festgestellt, dafs man eine bestimmte Menge der Rübensamenknäule abzählt und letztere dann zum Keimen bringt. Aus der Anzahl der entwickelten Keime ersieht man, wie grofs die Keimfähigkeit des betreffenden Samens ist. Da nun, wie ja leicht erklärlich, ein einziger derartiger Keimversuch kein definitives Urteil über einen gröfseren Posten zuläfst, so müssen die Versuche mindestens doppelt ausgeführt werden.

Zur Ausführung der Bestimmung ist vor allen Dingen ein zweckentsprechendes Keimbett erforderlich. Das Keimbett soll so beschaffen sein, dafs es nicht nur einen klaren Überblick über die keimenden Samen gewährt, sondern es soll auch ungehindert Luft und Wärme zuströmen lassen, sowie die nötige Feuchtigkeit halten können. Ein grofser Wasserüberschufs ist sehr schädlich, da die Rübenknäule sehr empfindlich für zuviel Feuchtigkeit im Keimbette sind.

Ein derartig gutes Keimbett besteht aus einem viereckigen Kasten von Zinkblech, etwa 6 cm hoch, welcher in einem etwas gröfseren und tieferen Kasten hängt. Der Boden des kleineren Kastens besteht aus einem feinen Sieb, welches ca. 3 cm hoch mit einer Schicht von angeglühtem Sande bedeckt ist. Der gröfsere Kasten ist so weit mit Wasser gefüllt, dafs der eingehängte Kasten mit dem Boden gerade die Wasseroberfläche berührt. Auf diese Weise kann der Sand beliebig Wasser aufsaugen, ohne direkt nafs zu sein. Den Sandkasten kann man durch eingesteckte Glasstreifen in mehrere gleichgrofse Fächer teilen. In dem Sande befindet sich ein Thermometer.

Hat man nicht derartige Kästen zur Verfügung, so kann man sich auch tiefer Teller bedienen, welche mit mäfsig angefeuchtetem Sande gefüllt sind.

Den Zinkkasten kann man vermittelst einer kleinen Lampe auf 18—20° C. halten; die Teller setzt man in einen Brutschrank und hält letzteren auch auf der gewünschten Temperatur.

Ist das Keimbett zur Aufnahme der Samen bereit, so schüttet man die Samenprobe auf einen Bogen Papier und zählt 100 Keime ohne jede Rücksicht auf die Gröfse oder auf das Aussehen derselben ab und wägt dieselben in einer tarierten Porzellanschale genau aus. Hierauf übergiefst man sie mit Wasser und läfst 24 Stunden zum Quellen stehen.

Die gequollenen Samen bringt man mit einer Pinzette auf den Sand und ordnet sie daselbst so, dafs man ihre Anzahl leicht übersehen kann, drückt sie schwach an und bedeckt das Keimbett lose mit einem dicken Filz oder, bei Anwendung von Tellern, mit einem zweiten Teller.

Die ganze Zeit des Keimversuches ist auf 14 bezw. 12 Tage bestimmt. Unter dieser Zeit sind die Betten stets auf der Keimtemperatur 18—20° C. zu halten.

Die weifsen Keimspitzen erscheinen nach einigen Tagen; sind die Keime 1—2 cm lang, so nimmt man die betreffenden Knäuel mit einer Pinzette heraus, zieht den ganzen Keim aus der Fruchthöhlung und setzt die so präparierten Knäule in eine zweite leere Abteilung des Keimbettes oder in einen neuen Teller. Hierbei mufs jedoch die Anzahl der ausgezogenen Keime genau notiert werden und stellt man so nach 6 Tagen die *Gesamtzahl* der von 100 Knäulen ausgetriebenen Keime fest. Mit den weiter gekeimten Knäulen verfährt man auf dieselbe Weise, indem man die Keime wieder auszieht und die Knäule auf ein drittes Bett bringt.

In dem ersten Keimbette verbleiben schliefslich die nicht angekeimten, die ungekeimten Knäule, übrig, welche nach Feststellung ihrer Anzahl sogleich die Prozente angeben.

Beispiel. 100 Knäule wogen 2,00 g. Es keimten nicht 20 Keime = 20 Prozent im Mittel von 2 Versuchen.

Nach Verlauf der ersten 6 Tage waren erschienen 104 Keime, nach 14 Tagen 50 Keime, Summa 154 Keime.

Die Anzahl der Keime per Kilogramm Rübensamen berechnet sich nach folgendem Ansatze:

$$2{,}00 : 154 = 1000 : x; \qquad \text{Keimanzahl } x = 77000.$$

Nach Verlauf der ersten 6 Keimtage waren ausgetrieben:

$$2{,}00 : 104 = 1000 : x; \qquad x = 52000 \text{ Keime nach 6 Tagen.}$$

Hartleb und Gillmeister[1]) bezeichnen es als einen grofsen Mangel, dafs in den Magdeburger Normen die Methode der Ausführung des Keimversuches so gut wie keine Berücksichtigung gefunden hat. Es ist dies ein Umstand, der schon zu mancherlei unangenehmen Differenzen geführt hat. Bei der Untersuchung der Rübensaat sind besonders zwei Punkte zu berücksichtigen, nämlich die Wahl der zur Keimung zu verwendenden Durchschnittsknäuel und die Ausführung des Keimversuches selbst. Die beiden Autoren geben folgende kurze Beschreibung der Ausführung eines vollständigen Keimversuches:

„Die zur Keimkraftprüfung bestimmte Probe Rübensaat soll mindestens ein Gewicht von 250 g besitzen und in gut verschlossenen Gefäfsen (am besten in Blechbüchsen) an die Untersuchungsstation eingeliefert werden, um eine Änderung des Feuchtigkeitsgehaltes auf dem Transport möglichst zu verhüten.

Von der gut durchgemischten Probe werden nun zunächst 2 . 5 g in kleinen Bechergläschen abgewogen und 5 Stunden lang im Wassertrockenschrank bei 100° getrocknet. Nach Ablauf dieser Zeit werden die Gläschen samt Inhalt im Exsikkator erkalten gelassen und nach 1/2 Stunde möglichst rasch gewogen. Die Wägungen sind möglichst zu beschleunigen, da die ausgetrockneten Rübenknäule sehr rasch Feuchtigkeit anziehen und dadurch ihr Gewicht verändert wird. Das Mittel aus den beiden Parallelversuchen ist als mafsgebend anzusehen und daraus der Feuchtigkeitsgehalt in Prozenten zu berechnen.

Weichen die beiden Parallelversuche um mehr als 0,5 Prozent voneinander ab, so ist die Bestimmung zu wiederholen.

Von der Gesamtprobe werden dann 100 g auf einer Handwage abgewogen, der Rest als Kontrollprobe verwahrt.

Die abgewogenen 100 g Knäule gibt man auf ein Sieb von 2 mm Maschenweite und entfernt durch leichtes Absieben zunächst die kleinsten Verunreinigungen.

Sodann schüttet man die auf dem Siebe zurückbleibenden Knäule auf eine glatte Unterlage (Karton, Glasplatte), sucht die beigemengten

[1]) Gelbe Hefte 1898, 470.

fremden Samen heraus und entfernt die anhaftenden Stielchen und Blattreste (Deckblättchen). Letztere sowie die fremden Samen vereinigt man mit den zuerst erhaltenen abgesiebten Verunreinigungen.

Nach beendigter Reinheitsbestimmung werden die „reinen Knäule" zwecks Trennung in die verschiedenen Gröfsen auf das Siebsystem gebracht und zwar auf das oberste Sieb von 4 mm Maschenweite. Das Siebsystem wird mittelst des für Thomasschlacken Verwendung findenden Apparates 20 Minuten lang in schüttelnder Bewegung erhalten (100 Touren in einer Minute). Nach Ablauf der 20 Minuten hat man 4 Absiebungen erhalten, nämlich 1. grofse Knäule, 2. mittelgrofse Knäule, 3. kleine Knäule und 4. Spreu, Erde usw. Letztere Absiebung, die vorwiegend aus Blattteilchen und Bruchstücken von Knäulen bestehen wird, vereinigt man mit der früher erhaltenen Spreu. Jetzt wird die Wägung der einzelnen Teile vorgenommen, also der grofsen, mittleren und kleineren Knäule, ferner der gesamten Spreu, aus der man dann eventuell noch die fremden Samen heraussuchen und für sich dem Gewichte nach bestimmen kann. Die in den Siebmaschen unter Umständen haften bleibenden Knäule sind den auf dem betreffenden Siebe zurückbleibenden Knäulen zuzurechnen.

Wir haben jetzt die prozentische Zusammensetzung der Saat aus reinem Samen und Spreu, sowie eine Feststellung des Verhältnisses von grofsen, mittleren und kleinen Knäulen, wie es der Zusammensetzung der Probe entspricht.

Es wurden z. B. durch die Absiebung erhalten:

1.	Grofse Knäule	30,500 g.	
2.	Mittelgrofse Knäule	36,300 „	
3.	Kleine Knäule	32,000 „	
	„Reine Knäule"	98,800 „	= 98,80 %.
4.	Fremde Samen	0,130 „	= 0,13 „
5.	Bei der ersten Absiebung erhalten . . .	0,900 „	= 1,17 „
	Bei der Trennung der Knäule erhalten .	0,170 „	

Für den Keimversuch sind obigen Verhältniszahlen entsprechend folgende Mengen abzuwiegen:

1. 3,05 g grofse Knäule,
2. 3,63 g mittelgrofse Knäule, und
3. 3,20 g kleine Knäule,

so dafs die Gesamtmenge 9,88 g beträgt, entsprechend dem Prozentgehalte der in der Rohprobe enthaltenen reinen Samen.

Von der abgewogenen Mischung aus grofsen, mittelgrofsen und kleinen Knäulen gibt man nach Teilung in ungefähr gleiche Teile jede Hälfte in ein Becherglas und übergiefst die Knäule mit Wasser von annähernd 50°, indem man dafür Sorge trägt, dafs eine gute Durchfeuchtung sämtlicher Knäule stattfindet.

Während die Vorquellung vor sich geht, stellt man sich die beiden Sandkeimbetten her. Wir verwenden Kästen aus Zinkblech, die auf der Innenseite mit schwarzem Asphalt-Lack überzogen sind. Die Kästen haben eine Grundfläche von 13 cm im Quadrat und eine Höhe von 9 cm. Zur Herstellung des Keimbettes werden die Kästen zunächst mit je 1 l bei 100° getrockneten und gesiebten Quarzsandes gefüllt, darauf je 300 ccm Wasser hinzugegeben. Dabei ist, wie schon erwähnt, jedes Schütteln oder Klopfen zu vermeiden.

Sobald das zur Vorquellung verwendete Wasser sich auf 30—25° abgekühlt, was in der Regel innerhalb 30 Minuten geschehen sein wird, so giefst man das Wasser samt den Knäulen auf ein Mulltuch. Die auf letzterem zurückbleibenden Knäule verteilt man dann in gleichmäfsiger Weise auf der Oberfläche der Sandkeimbetten. Ein Eindrücken der Knäule in den Sand ist zu vermeiden. Jetzt werden die Knäule mit je 200 ccm für jedes Keimbett trockenen Sandes bedeckt. Der trockene Sand umhüllt die einzelnen Knäule und pafst sich allen Unebenheiten auf das Vollkommenste an. Die Sandschicht wird dann ebenfalls im Verhältnis von 3 : 1 Volum mit Wasser befeuchtet, also mit 70 ccm. Das Wasser mufs in sehr vorsichtiger Weise aufgegossen werden, damit die Knäule nicht an einzelnen Stellen blofsgelegt werden. Die so hergestellten Keimbetten werden dann in einen auf ca. 30° eingestellten Thermostaten gestellt, wo sie bis zum siebenten Tage sich selbst überlassen bleiben. Der Thermostat enthält einen die ganze untere Fläche einnehmenden Blechkasten. Letzterer ist mit Wasser gefüllt, so dafs infolge Verdampfung desselben die Luft im Innern des Thermostaten immer einen hohen Feuchtigkeitsgehalt aufweist. Hierdurch wird vermieden, dafs eine wesentliche Feuchtigkeitsabnahme der Sandkeimbetten durch Verdunsten stattfindet.

Am 7. Tage wird eine erste Zählung der Keime vorgenommen, um die Keimungsenergie festzustellen. Die Trennung der Knäule und Keimlinge von dem Sande bewerkstelligt man am zweckmäfsigsten in folgender Weise: Der ganze Inhalt der Blechkästen wird auf ein sogenanntes Durchschlagsieb, ein Blechsieb mit durchlochten Boden, gegeben. Die Löcher haben 1 mm Weite, der Durchmesser des Siebes ist um einige Zentimeter gröfser als die Breite der Blechkästen. Durch sanftes Auf- und Abbewegen des Siebes mit Inhalt in zweckmäfsig in einem Eimer befindlichen Wasser wird man in kurzer Zeit ein Auswaschen des Sandes bewirken können. Die letzten Reste des Sandes entfernt man durch Aufgiefsen von Wasser auf das Sieb. Das Wasser ist stets anzuwärmen und zwar auf ca. 30°, da wir die Beobachtung gemacht haben, dafs das „kalte" Wasser, wie es aus der Leitung kommt, unter Umständen von schädlicher Wirkung auf die noch nicht gekeimten Samen ist und ihre spätere Keimung ganz unterdrücken kann. Das auf dem Siebe Zurückbleibende besteht aus den zum

gröfsten Teil aus den Knäulen losgelösten Keimlingen, noch nicht gekeimten Knäulen, sowie aus Knäulen, die noch Keimlinge enthalten. Man breitet das Ganze auf einem Stück Fliefspapier aus, läfst ein wenig abtrocknen und bestimmt durch Zählung die Anzahl der Keimlinge. Die sämtlichen Knäule werden dann wiederum in der oben beschriebenen Weise eingebettet und abermals 7 Tage im Thermostaten belassen.

Mach Ablauf von im ganzen 14 Tagen seit Beginn des Keimversuches werden die Knäule und Keimlinge wiederum ausgewaschen, wozu man diesmal auch „kaltes“ Wasser verwenden darf.

Die Anzahl der Keime der ersten Auszählung, addiert zu der Keimzahl der zweiten Auszählung, ergibt den Keimungsfaktor für 10 g. Durch Multiplikation des letzteren mit 100 erhalten wir direkt die Keimzahl für 1 kg der ursprünglichen Probe.

Boden-Untersuchungen.

Unter den Böden unterscheiden wir je nach der Entstehungsweise und Beschaffenheit zwei Hauptarten, nämlich *Mineral-* und *Moorböden*, von denen sich die ersteren, wohl allein für die Zuckerindustrie in Frage kommenden, dadurch auszeichnen, dafs sie überwiegend aus mineralischen Bestandteilen bestehen, während letztere besonders reich an organischen Stoffen sind.

Wie sich aus dieser Definition ergibt, unterscheiden sich diese beiden Bodenarten erheblich in ihrer Zusammensetzung und Beschaffenheit, und daraus ergibt sich wieder, dafs die chemische resp. physikalische Untersuchung derselben eine verschiedenartige sein mufs.

Da die chemische Analyse des Bodens allein kein direktes Urteil für die Fruchtbarkeit eines Bodens abgeben kann, sondern zu einer richtigen Beurteilung auch noch die mechanische und die physikalische Untersuchung hinzugezogen werden müssen, so ergibt sich hieraus, dafs die vollständige Bodenuntersuchung folgende Teile umfafst:

1. Mechanische Untersuchung.
2. Physikalische Untersuchung.
3. Chemische Untersuchung.

a) Mineralböden.

Die Mineralböden können in zwei Hauptgruppen geteilt werden, und zwar in *Primitivböden,* d. h. solche Böden, welche direkt aus dem anstehenden Gestein durch Verwitterung entstanden sind, und in *Derivat-* oder *Schwemmböden,* welche von ihrer ursprünglichen Entstehungsstelle durch Wasser in flüssiger oder fester Form fortgetragen worden sind.

Unter diesen letzteren unterscheidet man wieder je nach der Menge der vorhandenen Hauptbestandteile (Sand, Ton, Kalk und Humus) unter

Tonböden,
Lehmböden.
Kalk- und Mergelböden,
Sandböden (inkl. Kiesböden),
Schuttböden (Geröll-, Schotter-, Grand- oder Grusböden),
Humusböden.

Die Unterscheidungsmerkmale der ersten fünf Bodenarten sind nach Fesca[1]) folgende:

I. Tonböden:	zähe oder mager (sandig), kalkhaltig und mergelig (Tonmergel) oder kalkfrei, humusreich oder humusarm.
II. Lehmböden:	ungleich-körnig oder gleich- (und fein-) körnig, gemeiner Lehm, Löfs, kalkreich und mergelig oder kalkfrei (Lehm- resp. Löfsmergel), humusreich (z. B. Hasselboden) oder humusarm.
III. Kalkböden:	eigentliche Kalkböden oder Mergelböden (Kalkmergel tonhaltig).
IV. Sandböden (inkl. Kiesböden):	Kiesböden, grober oder mittelkörniger oder feiner Sand (gleich-körnige Varietät: Perlsand), nährstoffreich oder nährstoffarm, kalkreich oder kalkfrei, humusfrei oder humusarm.
V. Schuttböden:	Geröllböden, eigentliche Geröllböden oder lehmige Geröllböden (z. B. hercynischer Schotter).

(Zwischen II und IV:) Sandiger Lehm und lehmiger Sand, kalkreich und mergelig oder kalkfrei (Sandmergel), humusreich oder humusarm.

Probenahme.

Je nach der Gröfse der Bodenfläche (eine möglichst gleichmäfsige Bodenbeschaffenheit vorausgesetzt) nimmt man an mehreren Stellen Proben. Man sticht aus dem Boden ein viereckiges Loch von 30—40 cm im Quadrat heraus, wobei man sorgt, dafs sowohl Seitenflächen als auch Boden möglichst senkrecht resp. horizontal sind, und nimmt dann von der einen Seite einen von oben nach unten gleichmäfsig etwa 3 cm dicken Abstich. Ebenso entnimmt man eine Probe von dem Untergrund.

[1]) M. Fesca, Die agronom. Boden-Untersuchung, 1879, 90.

Soll der Boden in gröfserer Tiefe untersucht werden, so ist der amerikanische Tellerbohrer sehr zu empfehlen. Die Proben werden, falls nicht jeder Fall einzeln untersucht werden soll, sorgfältig gemischt und von der Durchschnittsprobe ungefähr 4—5 kg für die Untersuchungen entnommen. Diese Menge läfst man an der Luft trocknen, wobei man sie vor darauffallendem Staub usw. sorgfältig zu schützen hat.

Bei der Probenahme sind zugleich sorgfältige Notizen über folgende Punkte zu machen:

1. den geognostischen Ursprung des Bodens;
2. die Tiefe der Ackerkrume, sowie über den Zustand des zunächst unter der Ackerkrume liegenden Untergrundes.
   Ferner über die Beschaffenheit der tieferen Schichten:
3. die klimatischen Verhältnisse — nach allgemeiner Erfahrung, wenn nicht sorgfältige und langjährige Beobachtungen vorliegen — namentlich auch die Höhenlage;
4. Art der Bestellung und Fruchtfolge in den vorhergehenden Jahren:
5. Art und Menge der stattgefundenen Düngung;
6. die in den zunächst vorausgehenden Jahren wirklich erzielten Ernteerträge und womöglich auch über die Durchschnittserträge des betreffenden Feldes bei dem Anbau der wichtigeren Kulturpflanzen;
7. Beurteilung des Bodens seitens des in der Gegend ansässigen Landmannes hinsichtlich der Güte und Ertragsfähigkeit;
8. das Grundwasser;
9. die Neigung des Bodens.

Ist der Boden lufttrocken, so sucht man die gröfseren Steine und Steinchen heraus, wäscht dieselben gut ab und bestimmt die minerologische Beschaffenheit derselben, sowie ihr Gewicht und ungefähre Gröfse.

1. Mechanische Analyse.

Durch die mechanische Analyse werden die Mengenverhältnisse der den Boden zusammensetzenden gröbern und feinern Bestandteile festgestellt. Die Anteile, welche mehr als 2—3 mm Durchmesser haben, werden mittelst Absieben, die kleineren Teile durch Schlämmanalyse ermittelt. Zu diesem Zwecke siebt man den lufttrockenen Boden durch ein Sieb mit 2 resp. 3 mm Maschenweite. Die auf dem Siebe verbleibenden Anteile werden mit heifsem Wasser abgespült, getrocknet, gewogen und das Gewicht als Groberde in Prozenten ausgedrückt. Nach den Vereinbarungen

der deutschen landwirtschaftlichen Versuchs-Stationen sollen bei der Ausführung der mechanischen Analyse dieselben Siebe angewendet werden, wie bei der Bestimmung des Feinheitsgrades des Thomasphosphatmehles, nämlich:

1. das Florsieb No. 16 von Ehrhardt und Metzger in Darmstadt, seitlich gemessen 0,09 mm, diagonal gemessen 0,11 mm;
2. das Messingdrahtsieb No. 100 von Amandus Kahl in Hamburg, seitlich gemessen 0,14—0,17 mm, diagonal gemessen 0,11 mm;
3. das Messingdrahtsieb No. 50 von Amandus Kahl in Hamburg, seitlich gemessen 0,38—0,39 mm, diagonal gemessen 0,45—0,50 mm;
4. gebohrte Messingsiebe von 1, 2 und 3 mm weiten Öffnungen.

„500 g Boden werden in eine Porzellanschale gebracht, mit ca 1 l Wasser übergossen und unter öfterem Umrühren im Wasserbade stehen gelassen. Nach ungefähr 2 Stunden, bezw. wenn der Boden so weit durchgeweicht ist, dafs er mit Hilfe eines Pinsels durch die Siebe gewaschen werden kann, wird die Sieboperation in der Weise vorgenommen, dafs man zunächst das unter 3. aufgeführte Sieb No. 50 über eine Schale mit Wasser hält, den aufgeweichten Boden einschüttet, das Sieb dann einige Zentimeter tief unter Wasser taucht und den Boden mittelst des Pinsels zerrührt. Nach beendeter Operation wird der Siebrückstand mit reinem Wasser abgespült und getrocknet. Das Siebprodukt wird unter Anrühren und schliefslichem Nachspülen mit Wasser in das Sieb No. 100 gebracht und wie oben behandelt, worauf das jetzt erhaltene Siebprodukt portionsweise in das unter 1. aufgeführte Florsieb gebracht und vorsichtig durchgewaschen wird. Der Siebrückstand wird bei 100° getrocknet und gewogen oder auch indirekt durch Verlustrechnung bestimmt. Wird eine noch weitere Scheidung der gröberen Korngröfsen für nötig erachtet, so kann dies durch trocknes Absieben (des in Sieb No. 50 verbleibenden Rückstandes) mittelst gebohrter 1, 2 und 3 mm-Siebe bewirkt werden."

Die Siebprodukte bezw. Siebrückstände erhalten folgende Bezeichnungen:

Durch das 3 mm-Sieb wird der Boden zerlegt in Steine und Feinboden. Der letztere zerfällt in:

Steinkies = Produkt vom 3 mm-Sieb und Rückstand im 2 mm-Sieb.
Grobkies = „ „ 2 „ „ „ „ „ 1 „ „
Feinkies = „ „ 1 „ „ „ „ „ Messingsieb.
Grobsand = „ „ Messingdrahtsieb No. 50 und Rückstand im Messingdrahtsieb No. 100.
Feinsand = Produkt vom Messingdrahtsieb No. 100 und Rückstand im Florsieb No. 16.
Staub = Produkt vom Florsieb Nr. 16.

Der durch das Sieb gegangene Anteil wird — nachdem das Spülwasser eingedampft ist und die daraus restierenden feinen Tonteilchen mit den übrigen vereinigt wurden — als Feinerde bezeichnet und dient für alle weiteren Bestimmungen.

Da über die Bezeichnung Feinerde kein Übereinkommen herrscht, so mufs bei einer jeden Bodenanalyse angegeben werden, welche Körnung als Feinerde angesprochen wurde.

Die auf diese Weise erhaltene Feinerde wird im Schlämmapparat in weitere Körnungen zerlegt. Die Schlämmapparate beruhen auf dem Prinzip, dafs die gröberen Teile von den feineren entweder durch ihre ungleiche Fallgeschwindigkeit in stillstehendem Wasser oder durch einen aufsteigenden Wasserstrom nach ihrer Schwere getrennt werden.

Der einfachste dieser Apparate ist der auf ersterem Prinzip begründete Kühn'sche Schlämmzylinder, welcher sich durch leichte und sichere Handhabung auszeichnet und gute Resultate ergibt. Er besteht aus einem 30 cm hohen und 8,5 cm weiten Glaszylinder, an welchem sich 5 cm vom Boden entfernt ein Tubus von 1,5 cm Weite befindet. Der Tubus wird durch einen Gummistopfen verschlossen.

Soll eine Schlämmanalyse ausgeführt werden, so bringt man die Feinerde in den Schlämmzylinder, fügt so viel Wasser hinzu, dass dasselbe bis zu einer 2 cm unter dem Rande des Zylinders angebrachten Marke reicht, und rührt mit einem glatten Holzstab ungefähr 1 Minute lang gründlich um. Darauf zieht man den Stab schnell heraus und läfst ihn in den Zylinder abtropfen, so dafs nichts verloren geht. Den Zylinder überläfst man hierauf 10 Minuten lang der Ruhe, entfernt dann den Gummistopfen aus dem Tubus und läfst das trübe Wasser in ein grofses Becherglas ablaufen, wobei man eine Probe in einem Reagenzglas auffängt. Dies letztere wiederholt man bei jedem folgenden Aufschlämmen. Ist das Schlämmen beendet, so filtriert man den Gesamtinhalt des Becherglases, mischt die auf dem Filtrum verbliebene Masse innig, welche dann zur mikroskopischen Untersuchung aufbewahrt wird.

Der Tubus wird jedesmal verschlossen, wobei zu beachten ist, dafs der Stopfen genau mit der inneren Wand des Zylinders abschneidet. Darauf wird bis zur Marke angefüllt, umgerührt und nach jedem folgenden Abschlämmen 10 Minuten lang ruhig stehen gelassen. Nun läfst man wieder ablaufen usw. und wiederholt dies so lange, bis nach 10 Minuten langem Stehen über dem Tubus keine schwebenden Bodenpartikelchen mehr wahrzunehmen sind.

Hierauf bringt man den im Schlämmzylinder zurückgebliebenen Sand verlustlos in eine Porzellanschale und dampft zur Trockene ein. Die Schale läfst man, damit der Sand wieder die Luftfeuchtigkeit anziehen kann, ca. 24 Stunden an einem vor Staub geschützten Orte stehen und

stellt dann das Gesamtgewicht des Sandes fest, welcher darauf zuerst durch das 1 mm-Sieb, dann durch das 0,5 mm-Sieb und endlich durch das 0,25 mm-Sieb gesiebt wird. Auf diese Weise erhält man das Gewicht des sehr groben Sandes (2—1 mm), des groben Sandes (1—0,5 mm), des feinen Sandes (0,5—0,25 mm) und des sehr feinen Sandes, welcher einen kleineren Korndurchmesser als 0,25 mm hat. Vergleicht man nun das Gesamtgewicht des Sandes mit dem der einzelnen Körnungen, so wird stets eine Differenz beobachtet werden, welche durch das Verstäuben des sehr feinen Sandes entstanden ist.

Die gefundenen Gewichtsmengen sind in Gewichtsprozenten des steinfreien, lufttrockenen Bodens auszudrücken. Das Gewicht der abschlämmbaren Teile ergibt sich aus der Differenz zwischen dem ursprünglichen Gewichte des zur Untersuchung verwendeten steinfreien, lufttrockenen Bodens (50 oder 100 g) und dem Gewichte von Kies oder Grus und Sand.

Den so erhaltenen Ergebnissen der Schlämmanalyse sollte stets das Resultat der mikroskopischen Untersuchung hinzugefügt werden. In dem Falle, dafs eine eingehendere Feststellung der mineralogischen Beschaffenheit der Feinerde nicht stattfindet, so ist doch stets schätzungsweise anzugeben, in welchem Verhältnisse gröfsere Quarzstaubkörnchen im Vergleich zu den feineren Gemengteilen in den abschlämmbaren Teilen der untersuchten Bodenprobe vorhanden sind.

2. Physikalische Untersuchung.

Da es unmöglich ist, bei der physikalischen Untersuchung des Bodens letzteren in derselben Art der Zusammenlagerung wie in der Natur zu verwenden, so wird eine derartige Untersuchung nicht nur sehr erschwert, sondern es verlieren auch die erhaltenen Resultate für die Praxis an Wert. Aus diesem Grunde erklärt sich auch das seltene Vorkommen derartiger Bestimmungen im Laboratorium.

Die beiden wichtigsten physikalischen Eigenschaften sind:

a) Bestimmung der Absorptionsgröfse des Bodens gegen $^1/_{10}$ resp. $^1/_{100}$ Normallösungen der wichtigeren Pflanzennährstoffe.

Hierzu verwendet man zweckmäfsig Lösungen von Chlorammonium, Kaliumnitrat, Kalziumnitrat, Magnesiumsulfat und Monokalziumphosphat,

welche so bereitet werden, dafs 1 l derselben $^1/_{10}$ resp. $^1/_{100}$ des Molekulargewichtes in Gramm enthält.

Diese Versuche werden mit lufttrockenem Boden, welcher ein 0,5 mm-Sieb passiert hat, derart angestellt, dafs 50 g desselben in einem dichtschliefsenden Kolben mit 200 ccm der betreffenden Normallösung — oder einer genauen Mischung mehrerer derselben — zusammengebracht und 48 Stunden unter wiederholtem Umschütteln stehen gelassen werden. Nach dieser Zeit filtriert man schnell durch ein Faltenfilter und bestimmt im Filtrat den oder die Bestandteile, deren absorbierte Menge man erfahren will.

Nach Knop[1]) genügt es, das Absorptionsvermögen des Bodens gegen Ammoniak zu bestimmen, welches auf folgende Weise geschieht: Man mischt, je nachdem man den Versuch mit 50 oder 100 g Feinerde[2]) anstellt, mit 5 oder 10 g Kreidepulver und dem doppelten Gewicht (100 oder 200 ccm) einer Ammonsalzlösung von bekanntem Ammongehalt. Als Ammonsalz wählt man den Salmiak und bereitet davon eine Lösung genau von der Konzentration, dafs das Ammon bei seiner Zersetzung für jedes ccm Flüssigkeit gerade 1 ccm Stickgas liefert, d. h. man löst in je 208 ccm Wasser 1 g Salmiak auf (= 0,2616 g Stickstoff, welche bei 0° und 760 mm Luftdruck 208 ccm einnehmen). Man läfst nun unter öfterem Umschütteln die Erden 48 Stunden mit dieser Lösung in Berührung. Darauf läfst man den Boden sich absetzen und giefst die überstehende klare Flüssigkeit durch ein trockenes Filter. Aus dem Filtrat entnimmt man schnell mit der Pipette 20 oder 40 ccm und dampft sie in einem kleinen Porzellanschälchen unter Zusatz von einem Tropfen reiner Salzsäure bis fast zur Trockene auf dem Wasserbade ein. Den im Porzellanschälchen zurückgebliebenen Salmiak spült man mit 10 ccm Wasser in die eine Abteilung der Entwicklungsflasche des Knop-Wagner'schen Azotometers, zersetzt denselben mit 50 ccm Bromlauge, bestimmt den Stickstoff volumetrisch (siehe unter Stickstoffbestimmung, Düngemittel) und berechnet danach den Verlust an Stickstoff, den die ganze Menge (200 ccm) Flüssigkeit bei Berührung mit 100 ccm Feinerde erlitten hat. Diese Zahl. die Menge Stickstoff in ccm angegeben, nennt man ohne weiteres die Absorptionsgröfse oder Absorption, während nach dem Vorschlage von Fesca als Absorptionskoeffizienten die Menge des absorbierten Stickstoffes in Milligramm, bezogen auf 100 g Boden, auszudrücken ist.

[1]) Landw. Vers.-Stat. XVII, 85; Zeitschr. f. analyt. Chemie XIII, 101.

[2]) Unter Feinerde versteht Knop denjenigen Teil des Bodens, welcher durch ein Drahtnetz mit 400 Öffnungen pro 1 ccm hindurchfällt; dasselbe würde einem Rundlochsiebe von 0,5 mm Lochweite entsprechen. Falls der Boden sehr bindig ist, so kocht man ihn (nach Wahnschaffe) mit Wasser auf und gibt ihn mit Hilfe eines steifen Pinsels durch das Sieb.

b) Bestimmung der wasserfassenden Kraft oder Wasserkapazität des Bodens.

Die wasserhaltende oder wasserfassende Kraft eines Bodens ist die Fähigkeit desselben, eine gewisse Menge flüssigen Wassers in seine Poren aufzunehmen. Die Bestimmung dieses Vermögens erfolgt folgendermafsen: Eine 90 cm lange Zinkblechröhre, deren innerer Durchmesser 4 cm mifst, trägt an beiden Enden rechtwinklig zur Achse eine plattenförmige Erweiterung 1,5 cm breit. Das untere Ende wird mit einer starken, sehr grobmaschigen Leinwand verbunden und der zu untersuchende Boden schichtenweise eingefüllt und mit einem Stöfsel festgestampft. Auf das obere Ende werden noch 2 je 10 cm lange, gleichfalls 4 cm weite Glasröhren gesetzt. Diese sind an beiden Enden mit aufgekitteten Messingzylindern versehen, die sich auch rechtwinklig zur Achse des Röhrenstückes zu kreisrunden, vollständig eben geschliffenen 1,5 cm breiten Platten erweitern. Diese Platten werden eingefettet, aufeinandergelegt und die aneinander stofsenden Platten vermittelst je dreier hölzerner Klemmen fest aufeinandergeprefst. Das mit der Blechröhre verbundene Glasrohr wird ebenfalls mit Boden gefüllt, während dies beim zweiten blofs im unteren Teile geschieht, damit, wenn beim Anfeuchten sich der Boden noch setzen sollte, etwas in die erste Röhre nachrutschen kann und diese stets mit Boden vollgefüllt bleibt. Es wird nun der noch freie Teil der oberen Glasröhre mit Wasser gefüllt und dies so oft wiederholt, bis das Wasser unten angelangt ist. Um dies beobachten zu können, befindet sich am untersten Ende der Blechröhre in der Wand derselben ein 2 cm breiter, 10 cm hoher, durch eine Glasplatte verdeckter Schlitz. Um die Verdunstung am unteren Ende der Röhre zu verhüten, wird sie mit dem erweiterten Rande auf eine Glasplatte gestellt.

Sobald das Wasser am unteren Ende angelangt ist, wird das überschüssige Wasser von der Oberfläche abgehoben und das Glasrohr oben mit einem Korke verschlossen, durch dessen Mitte eine oben in eine Spitze ausgezogene Glasröhre führt, um eine Verdunstung zu vermeiden. Hierauf läfst man noch 36 Stunden stehen. Sodann werden nach Entfernung der Klemmen die einzelnen Röhrenstücke mit einem Platinblech auseinandergeschnitten und die beiden Enden der mit der Blechröhre in Verbindung gestandenen Glasröhre mit je einer Glasplatte bedeckt, um jede Verdunstung zu verhindern. Es wird nun gewogen und aus dem Gewicht nach Abzug desjenigen des Röhrenstückes und der Glasplatten ergibt sich das Gewicht des feuchten Bodens. Letzterer wird sorgfältig in eine gröfsere Porzellanschale gebracht und bei 100° C. getrocknet. Vor dem Wägen läfst man ihn 24 Stunden an der Luft stehen, um ihn lufttrocken

zu machen. Aus der Differenz zwischen dem Gewicht des feuchten und dem des trocknen Bodens ergibt sich der Wassergehalt, welcher volumprozentisch berechnet wird. Das Volumen des Glasröhrenstückes wird vorher mit destilliertem Wasser bei 17,5 ° C. genau ermittelt.

3. Chemische Untersuchung.

Zu den Zwecken der chemischen Untersuchung des Bodens verwendet man Feinboden, welcher durch Absieben mittelst eines 3 mm-Siebes erhalten wurde. Der Sand mufs lufttrocken sein, darf also vorher nicht erhitzt werden, da durch das Erhitzen einige Bestandteile desselben Veränderungen erleiden können.

Für eine gewöhnliche Bodenanalyse genügt es, Wassergehalt, Glühverlust, Stickstoff- und Humusgehalt zu bestimmen. Es wird dann ferner der durch 3stündiges Erwärmen des Bodens mit 10prozentiger Salzsäure — auf 1 Gewichtsteil Boden 2 Volumteile 10prozentiger Säure unter Berücksichtigung der Karbonate des Bodens — auf dem Wasserbade erhaltene Extrakt auf seine Bestandteile untersucht, von welchen meist nur Kalk, Kali und Phosphorsäure bestimmt werden.

Zur besseren Beurteilung der chemischen Konstitution eines Bodens behandelt man 5 Proben des Bodens mit

1. kohlensäurehaltigem Wasser,
2. kalter konzentrierter Salzsäure,
3. heifser konzentrierter Salzsäure,
4. konzentrierter Schwefelsäure,
5. Flufssäure.

Behandlung mit kohlensäurehaltigem Wasser.

1500 g lufttrockenen Boden übergiefst man in einer gut verschliefsbaren Flasche mit 6000 ccm Wasser — abzüglich der schon vorhandenen und bei 100° sich verflüchtigenden Menge Wasser — welches zu $^1/_4$ mit Kohlensäure übersättigt ist. Dieses $^1/_4$ mit Kohlensäure gesättigte Wasser stellt man auf die Weise her, dafs man 1500 ccm Wasser bei gewöhnlicher Temperatur und mittlerem Luftdruck vollständig mit Kohlensäure sättigt und hierauf mit 4500 ccm Wasser verdünnt.

Der Boden wird mit dem Wasser zuerst gut durchgeschüttelt, dann läfst man denselben 3 Tage lang mit dem Wasser in Berührung, in welcher Zeit die Flasche häufig in regelmäfsigen Zeitintervallen auf einer weichen Unterlage gerollt wird. Hierauf giefst man $^2/_3$ der Flüssigkeit, 4000 ccm = 1000 g Boden, möglichst klar ab, läfst in einer luftdicht verschlossenen Flasche 24 Stunden lang ruhig stehen und filtriert nach dieser Zeit durch ein doppeltes bedecktes Filter.

Sollte das Filtrat nicht klar sein, so dampft man es unter Zusatz von etwas Salzsäure auf 300—400 ccm ein, filtriert hierauf von dem ausgeschiedenen Ton ab, wobei man die Flüssigkeit in einem 500 ccm-Kolben auffängt. Nach sorgfältigem Auswaschen des Filters bringt man die mit den Waschwässern vereinigte Lösung auf 500 ccm. In dem Falle, dafs der Boden mehrere Male nacheinander mit kohlensäurehaltigem Wasser behandelt werden soll, ersetzt man die abgegossenen 4000 ccm durch ein gleiches Quantum des $^1/_4$ kohlensäurehaltigen Wassers und verfährt in genau derselben Weise, wie oben angegeben. Nach Ulbricht,[1]) sowie Wolf und Jani[2]) hat sich ergeben, dafs der erste Auszug mit kohlensäurehaltigem Wasser zwar mehr Pflanzennährstoffe enthält als die folgenden Auszüge, dafs jedoch mit dem zweiten und dritten Auszuge bei Anwendung stets gleicher Wassermengen hinsichtlich der Menge der gelösten Stoffe eine beinahe konstante Gröfse erreicht wird, welche mit der chemischen Konstitution des Bodens und seinem Gehalt an absorbierten Nährstoffen, sowie mit der länger anhaltenden Fruchtbarkeit desselben in Zusammenhang zu stehen scheint.

Von dem Filtrat verwendet man einen aliquoten Teil zur Bestimmung der gelösten einzelnen Bestandteile. Näheres hierüber siehe weiter unten.

Einen weiteren Teil dampft man in einer Platinschale zur Trockne, trocknet bei 125° und wägt.

Aus der Menge des Rückstandes berechnet man die Gesamtmenge der bei dieser Behandlung in Lösung gegangenen Substanzen.

Will man die Menge der gelösten Mineralstoffe erfahren, so glüht man den Schaleninhalt gelinde unter öfterer Befeuchtung mit Ammoniumkarbonat und wägt nach dem Erkalten.

Behandlung mit kalter konzentrierter Salzsäure.

Zu diesem Zwecke werden 750 g Boden in einer mit Glasstöpsel versehenen geräumigen Flasche mit 1500 ccm reiner konzentrierter Salz-

[1]) Landw. Versuchs-Stationen V, 200.

[2]) Landw. Jahrbücher 1873, II, 392.

säure (spezifisches Gewicht 1,15) übergossen. Unter häufigem Umschütteln läfst man 48 Stunden bei gewöhnlicher Temperatur stehen. Darauf filtriert man 1000 ccm = 500 g Boden ab und verwendet aliquote Teile der Lösung zur Bestimmung der einzelnen gelösten Bestandteile. Enthält der Boden viel Karbonate, so ist eine entsprechend stärkere Säure zu nehmen.

Behandlung mit heifser konzentrierter Salzsäure.

150 g Boden werden in einem geräumigen Glaskolben mit 300 ccm reiner konzentrierter Salzsäure übergossen, worauf die ganze Masse unter häufigem Umschütteln zum Kochen erhitzt, eine Stunde lang im Kochen erhalten und dann mit dem doppelten Volumen heifsen Wassers verdünnt wird. Nach einigen Minuten filtriert man durch ein doppeltes Filter, behandelt den ungelösten Rückstand im Kolben noch dreimal mit heifsem Wasser und bringt alles unter Umschütteln, so dafs die gröberen Teile zugleich mit herausgespült werden, auf das Filter. Das Filtrum wird so lange mit heifsem Wasser ausgewaschen, bis keine Chlorreaktion im Waschwasser mehr nachzuweisen ist.

Zweckmäfsig setzt man gleich zu Anfang zu der Salzsäure etwas Salpetersäure, wodurch das Abscheiden schleimiger organischer Substanz im Filtrat vermieden wird.

Das Gesamtfiltrat inkl. Waschwässer wird mit etwas Salpetersäure versetzt und bis auf 1000 ccm eingeengt. Diese Lösung dient zur Bestimmung der einzelnen Bestandteile.

Bestimmung der einzelnen Bestandteile der obigen Lösungen.

Die Bestimmung der einzelnen gelösten Bestandteile der oben gewonnenen Lösungen werden nach folgendem Analysengange untersucht.

1. Kieselsäure und Zerstörung des Humus.

Von den Lösungen, welche salzsauer gemacht werden müssen (Lösung 1. erhalten mit kohlensäurehaltigem Wasser) wird ein aliquoter Teil in einer Porzellanschale zur Trockne verdampft. Um die organischen Substanzen sowie Eisenoxydul zu oxydieren, wird gegen Ende der Verdampfung etwas Salpetersäure zugesetzt. Ist der Rückstand trocken, so feuchtet man ihn

noch einmal mit Salpersäure an, dampft wieder zur Trockne ein, verjagt die Salpetersäure durch wiederholtes Eindampfen mit Salzsäure, dampft wiederum ein, erwärmt den Trockenrückstand einige Zeit im Trockenschranke und nimmt mit salzsäurehaltigem Wasser auf. Die durch diese Behandlung unlöslich gewordene Kieselsäure wird abfiltriert, ausgewaschen, geglüht und gewogen.

Das mit den Waschwässern vereinigte Filtrat dient zur Bestimmung der weiteren Bestandteile und wird zu diesem Zwecke zu 1 l aufgefüllt.

2. Eisenoxyd, Tonerde und Phosphorsäure.

Ein aliquoter Teil des zu 1 l verdünnten Filtrates von 1 wird langsam mit kleinen Mengen von kohlensaurem Natron annähernd neutralisiert, bis eine schwache Trübung entsteht. Sobald dies eintritt, fügt man einige Tropfen Salzsäure hinzu, erhitzt bis zum Kochen, setzt essigsaures Natron im Überschusse hinzu und kocht noch einige Zeit. Hierdurch scheidet sich alles Eisenoxyd, sowie die Tonerde als basisch essigsaure Salze nebst der Phosphorsäure aus.

Um das Eisenoxyd von Mangan zu trennen und um etwa mitgefällten Kalk zu entfernen, wird der abfiltrierte Niederschlag in Salzsäure gelöst, abermals mit essigsaurem Natrium gefällt und filtriert. Die beiden Filtrate werden mitsamt den Waschwässern vereinigt.

Den Niederschlag löst man in Schwefelsäure, bringt die Lösung auf ein bestimmtes Volumen und fällt in der einen Hälfte mit Ammoniak. Der abfiltrierte Niederschlag wird als Eisenoxyd + Aluminiumoxyd + Phosphorsäure gewogen.

Die andere Hälfte der Lösung dient zur Bestimmung des

Eisenoxydes allein. Zu diesem Zwecke leitet man über die in einem Glaskolben befindliche Lösung einige Zeit lang Kohlensäure, um die Luft zu verdrängen, reduziert das Oxyd zu Oxydul durch Zusatz von chemisch reinem Zink und titriert mit $^1/_{10}$ Normal-Chamäleonlösung, deren Titer gegen Eisen bekannt ist. Die gefundene Eisenmenge wird auf Oxyd berechnet.

Phosphorsäure (nach Maercker). 25 g Boden werden mit 20 ccm rauchender Salpetersäure und 50 ccm konzentrierter Schwefelsäure $^1/_2$ Stunde gekocht, worauf die Lösung nach dem Erkalten zu 500 ccm aufgefüllt wird. 100 ccm = 5 g Boden werden mit Ammoniak übersättigt, wieder schwach sauer gemacht, nach dem Erkalten mit 50 ccm Maercker'scher Zitratlösung und 25 ccm Magnesiamixtur versetzt, $^1/_2$ Stunde mittelst des Rührapparates gerührt und dann nach 24—48stündigem Stehen abfiltriert; der Niederschlag, mit $2^1/_2$prozentigem Ammoniak ausgewaschen, wird geglüht und als pyrophosphorsaure Magnesia gewogen. Hieraus berechnet man den Gehalt an Phosphorsäure. Faktor siehe Anhang.

Aus der Differenz zwischen der Gesamtmenge des bei 2 erhaltenen Gewichtes und der Summe von Eisenoxyd + Phosphorsäure erfährt man den Gehalt an Tonerde.

3. Mangan.

Die bei 2 erhaltenen vereinigten Filtrate von der Gesamtbestimmung des Eisenoxydes, der Tonerde und der Phosphorsäure werden etwas eingeengt und warm entweder mit unterchlorigsaurem Natrium versetzt oder es wird durch die auf 60—70° C. erhitzte Flüssigkeit bis zur Sättigung Chlor hindurchgeleitet.

Die Lösung darf keine Spur eines Ammoniumsalzes enthalten, da sich sonst Chlorstickstoff bildet!

Durch die Einwirkung des Chlors wird das Mangan als voluminöses braunschwarzes Superoxyd abgeschieden, welches man abfiltriert und gut auswäscht. Nach dem Trocknen löst man dasselbe möglichst vollständig vom Filter, verbrennt letzteres und behandelt alles mit Salzsäure. Die so erhaltene Lösung wird, nachdem die Salzsäure zum gröfsten Teile verdampft ist, mit Wasser verdünnt und mit Ammoniumkarbonat schwach übersättigt. Nach 12stündigem Stehen an einem warmen Orte wird das ausgefallene kohlensaure Mangan abfiltriert, mit heifsem Wasser ausgewaschen, das Filter bis zu konstantem Gewicht geglüht und der Rückstand als Manganoxyduloxyd in Rechnung gebracht.

4. Kalk.

In der vom Mangansuperoxyd abfiltrierten Lösung, welche mit den Waschwässern vereinigt wird, bestimmt man den Kalk folgendermafsen:

Die Flüssigkeit wird bis zum Sieden erhitzt, mit Ammoniak neutralisiert und der Kalk in der Siedehitze mit oxalsaurem Ammon gefällt. Nach 12 Stunden filtriert man den Niederschlag ab, wäscht gut aus und wägt nach dem Verbrennen des Filters den gut geglühten Rückstand als Kalziumoxyd.

5. Magnesia.

In dem Filtrat von 4 wird, nachdem es etwas eingeengt wurde, die Magnesia durch phosphorsaures Natrium-Ammon gefällt. Die Fällung wird durch gutes Umrühren beschleunigt. Darauf fügt man noch $^1/_3$ des Volumens Ammoniak von 0,96 spezifischem Gewicht hinzu und filtriert nach 12stündigem Stehen. Der Rückstand wird mit ammoniakhaltigem Wasser ausgewaschen, das Filter nach dem Trocknen zuerst über gewöhnlicher Flamme weifs gebrannt und nach dem Glühen im Gebläse als pyrophosphorsaure Magnesia gewogen. Faktor siehe Anhang.

6. Schwefelsäure.

In einem neuen aliquoten Teile der salzsauer gemachten Bodenauszüge entfernt man die Kieselsäure nach 1. Das Filtrat wird zur Bestimmung der Schwefelsäure benutzt. Zu diesem Zwecke macht man die Lösung zuerst ammoniakalisch, darauf säuert man wieder an und fällt die Schwefelsäure im Sieden mit Chlorbaryumlösung. Der Niederschlag wird wie bekannt behandelt. Faktor siehe Anhang.

7. Alkalien.

Die Alkalien werden in dem von der Schwefelsäurebestimmung verbliebenen Filtrat bestimmt. Dieses wird zuerst unter Erwärmen mit Ammoniak und Ammoniumkarbonat versetzt, der dabei entstehende Niederschlag mit heifsem Wasser gut ausgewaschen und das Filtrat mit den Waschwässern in einer Platinschale zur Trockne eingedampft. Die trocknen Ammoniumsalze werden durch vorsichtiges gelindes Glühen verdampft, worauf man erkalten läfst, den Rückstand in wenig Wasser löst und chemisch reine Oxalsäure hinzusetzt. Hierauf verdampft man auf dem Wasserbade zur Trockne und glüht vorsichtig.

Durch diese Behandlung gehen die oxalsauren Salze in Karbonate über und die Alkalien werden zu gleicher Zeit von den noch vorhandenen Resten von Magnesia, Kalk, Baryt, Mangan und Aluminium getrennt.

Nun löst man den geglühten Rückstand in wenig Wasser, filtriert von dem Unlöslichen ab, bringt Filtrat und Waschwässer vereinigt in einer gewogenen Porzellanschale zur Trockne, glüht den entstehenden Rückstand schwach und wägt nach dem Erkalten.

Hierbei erhält man die Gesamtalkalien als Chloralkalien.

Den gewogenen Rückstand löst man in Wasser, filtriert, dampft das Filtrat (mit Waschwasser!) unter Zusatz von Platinchlorid in der vorher benutzten Porzellanschale zur Trockne und nimmt den neuen Rückstand mit Alkohol auf. Darauf dekantiert man über ein kleines Filter, wäscht letzteres mit heifsem Wasser aus, um das darauf befindliche Kaliumplatinchlorid zu lösen, dampft die Lösung mit der Hauptmenge des $KPtCl_6$ in der Schale vereint ein, trocknet bis zu konstantem Gewicht und erhält so die Menge des Kaliums und aus der Differenz mit den Gesamtalkalien das Chlornatrium. Faktor siehe Anhang.

Behandlung des Bodens mit konzentrierter Schwefelsäure.

Der bei der Behandlung des Bodens mit heifser konzentrierter Salzsäure verbliebene Rückstand wird an der Luft getrocknet und gewogen.

Ein Teil desselben wird zur Aufschliefsung mit Schwefelsäure genau abgewogen.

Letzterer Anteil wird in einer Platinschale mit Schwefelsäure zu einem dünnen Brei angerührt, worauf dann die Schwefelsäure auf einer Asbestplatte mit ganz kleiner Flamme verjagt wird. Diese Behandlung des Bodens wird 2—3 mal wiederholt, worauf der Rückstand mit Salzsäure im Wasserbade zur Trockne verdampft wird. Ist dies geschehen, so erwärmt man noch einige Zeit im Trockenschranke, nimmt darauf mit salzsäurehaltigem Wasser auf und filtriert.

Das Filtrat dient zur Bestimmung von Tonerde, Eisenoxyd, Kalk, Magnesia und der Alkalien nach den vorstehend beschriebenen Methoden.

Der verbleibende Rückstand enthält Kieselsäure, Sand und Silikate, von denen die erstgenannte, von den zersetzten Mineralien herrührende Kieselsäure folgendermafsen bestimmt wird.

Kieselsäure.

Der obige gut ausgewaschene Rückstand wird in eine geräumige, glasierte Porzellanschale gebracht und mit einer Lösung von Natriumkarbonat, welcher etwas Natronlauge zugesetzt ist, zwei Stunden lang ausgekocht. Hierauf wird filtriert, ausgewaschen, das Filtrat mit Salzsäure übersättigt und die ausfallende Kieselsäure nach oben gegebener Vorschrift (S. 438) behandelt und gewogen.

Behandlung mit Flufssäure.

Der bei dem Auskochen mit konzentrierter Schwefelsäure verbleibende, nur noch Quarz und Silikate enthaltende Rückstand wird gewogen und durch Behandlung mit Flufssäure aufgeschlossen. Zu diesem Zwecke reibt man denselben in einem Achatmörser fein und verwendet einen gewogenen Anteil.

Das Aufschliefsen geschieht entweder mit flüssiger Flufssäure oder auch mit einem Gemisch von Fluorammonium und Schwefelsäure. Man bringt den gewogenen Anteil in eine Platinschale, befeuchtet mit Wasser und übergiefst mit starker Flufssäure. Die bedeckte Schale läfst man unter öfterem Umrühren mit einem Platinspatel 2—3 Tage stehen, bis die Masse breiartig zergangen ist. Hierauf verdampft man, um die gebildete Kieselfluorwasserstoffsäure auszutreiben, unter mehrfachem Umrühren auf dem Wasserbade zur Trockne, befeuchtet den Rückstand mit konzentrierter Schwefelsäure und verjagt letztere durch Erhitzen. Den Rückstand kocht man mit salzsäurehaltigem Wasser aus. Löst sich nicht

alles, so behandelt man den eventuellen Rückstand noch einmal mit Flufssäure, bis alles in Lösung geht.

In den vereinigten salzsauren Lösungen bestimmt man Tonerde, Kalk, Magnesia und Alkalien nach den oben beschriebenen Methoden.

Bestimmung einzelner Bestandteile im Boden.

1. Hygroskopisches Wasser.

10 g werden im Trockenkölbchen bei 100—105° C. im Luftbade bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

2. Chemisch gebundenes Wasser (Glühverlust).

Der Boden enthält aufser dem hygroskopischen Wasser Kristallwasser, kolloidal gebundenes Wasser und durch Abspaltung aus Hydroxyden entstehendes Wasser, welches durch das Trocknen bei 100—105° C. nicht entfernt werden kann. Zur Bestimmung desselben glüht man 10 g Boden bei mäfsiger Temperatur, bis die gesamte organische Substanz zerstört ist. Der Glührückstand wird nach der Behandlung mit Ammoniumkarbonat wieder geglüht, und diese Operation wird so oft wiederholt, bis ein konstantes Gewicht erreicht ist. Da hierdurch sowohl das chemisch gebundene Wasser als auch die organische Substanz entfernt wurde, so bestimmt man letztere besonders und findet aus der Differenz zwischen dieser und dem Gesamtverlust die Menge des chemisch gebundenen Wassers. Weil die Methode zur Bestimmung der organischen Substanz mit Unsicherheit behaftet ist und weil verschiedene andere Fehlerquellen vorhanden sind, ist das Resultat nur annähernd richtig. Unter den Fehlerquellen sei noch erwähnt, dafs bei Anwesenheit gröfserer Mengen kohlensaurer Salze durch das Glühen ein Teil der Kohlensäure verloren geht, ebenso verwandelt sich Eisenoxydul in Oxyd und endlich entstehen Fehler, sobald gröfsere Mengen von Ammoniak oder salpetersaurer Salze zugegen sind.

Nach den Beschlüssen des Verbandes der deutschen Versuchs-Stationen verfährt man folgendermafsen: Zur Bestimmung des Glühverlustes trocknet man den Boden bei 140° C. und bestimmt den entstandenen Gewichtsverlust, glüht dann, befeuchtet mit Ammoniumkarbonat und glüht wiederum schwach. Es wird angenommen, dafs das chemisch gebundene Wasser sich bei 140° C. verflüchtigt, was auch annähernd zutrifft, dafs also der Glühverlust in diesem Falle die organische Substanz angibt. Dies Verfahren ist jedoch bei Moorboden und stark humosem Boden nicht zulässig, da schon bei 120° C. starke Zersetzungen der Humusstoffe eintreten.

3. Humus.

Nach den Beschlüssen des Verbandes der deutschen Versuchs-Stationen wird der Humusgehalt des Bodens folgendermafsen nach der von G. Loges[1] angegebenen Methode bestimmt:

5--10 g des Bodens werden, um die fertig gebildete Kohlensäure auszutreiben, in einem Hoffmeister'schen Glasschälchen mit verdünnter Phosphorsäure zur Trockne verdampft. Das Schälchen wird mit seinem Inhalt in einen Mörser gebracht und unter Zusatz von pulverigem Kupferoxyd zerrieben. Darauf bringt man alles in ein offenes, 60 cm langes Verbrennungsrohr, worin sich eine durch einen Asbestpropfen vom Boden getrennte ca. 20 cm lange Schicht von gekörntem Kupferoxyd und eine 10—12 cm lange Kupferdrahtspirale befinden. Die zur Reduktion des Stickoxydes dienende Spirale kann auch durch eine gleichlange Schicht von ganz feinem Silberdraht ersetzt werden, wobei man den Vorteil hat, dafs letztere auch das Chlor bindet.

Nun verbrennt man in bekannter Weise und fängt die Kohlensäure in einem Kaliapparat auf. Die Gewichtszunahme des vorher gewogenen Kaliapparates ergibt die aus dem Humus gebildete Menge Kohlensäure. Aus der gefundenen Kohlensäure berechnet man die Menge der wasserfreien und stickstofffreien Humussubstanz. Nach Wolff nimmt man den Kohlenstoffgehalt derselben zu 58 Prozent Kohlenstoff an. Man findet also die Menge der Humussubstanz entweder so, dafs man die Kohlensäure auf Kohlenstoff umrechnet und letzteren mit 1,724 multipliziert, oder durch direkte Multiplikation der gefundenen Menge Kohlensäure mit 0,471.

4. Kohlensäure.

Selbst in geringen Mengen spielen die kohlensauren Erden als Bodenbestandteile eine wichtige Rolle. Ist nur wenig Kohlensäure vorhanden, so kann man letztere als ausschliefslich an Kalk gebunden ansehen. In diesem Falle berechnet man die Menge des vorhandenen kohlensauren Kalkes einfach aus der Kohlensäurebestimmung. Dies geschieht vermittelst des Kalzimeters. Näheres hierüber siehe unter Kalkstein (S. 318).

Findet sich neben beträchtlicheren Mengen Kalziumkarbonat auch Magnesiumkarbonat, so bestimmt man die kohlensauren Erden durch Auskochen mit Ammoniumnitrat. Hierbei setzen sich die kohlensauren Erden in Ammoniumkarbonat und salpetersaure Erden um.

Man verfährt folgendermafsen:

1—2 g des möglichst fein gepulverten und bei 100° C. getrockneten Bodens kocht man in einer bedeckten Porzellanschale $^1/_2$ Stunde lang mit 20 ccm einer konzentrierten Lösung von Ammoniumnitrat. Bei Beendigung

[1] Landw. Versuchs-Stationen 83, 28, 229.

des Kochens ersetzt man das verdunstete Wasser mit heifsem Wasser, um so eine Ausscheidung von Ammoniumnitrat zu vermeiden.

Hat sich der Boden abgesetzt, so dekantiert man die heifse Lösung durch ein Filter in einem Heifswassertrichter, kocht noch 2 mal aus und wäscht schliefslich mit einer etwas verdünnten heifsen Lösung von Ammoniumnitrat aus.

Das Filtrat wird stark mit Wasser verdünnt, bis zum Kochen erhitzt, und nach dem Zusatze von einigen Tropfen Ammoniak der Kalk durch Ammoniumoxalat gefällt und als Kalziumoxyd gewogen. Faktor siehe Anhang.

Im Filtrat von dem Kalkniederschlage fällt man nach dem Einengen der Lösung die Magnesia durch Natriumphosphat und wägt als Magnesiumpyrophosphat.

5. Gesamtstickstoff.

Die Bestimmung des Gesamtstickstoffes erfolgt entweder durch Verbrennung mit Natronkalk oder nach der Kjeldahl'schen Methode in der Jodlbauer'schen Modifikation.

Nach letzterer arbeitet man folgendermafsen:

Die Substanz wird lufttrocken verwendet, und zwar nimmt man von Humus- und Torfböden 1—2 g, von humosen Sandböden 2,5 g und von gewöhnlichen Ackerböden 5—10 g. Über die Ausführung der Methode siehe unter Düngemittel.

Das bei der Destillation des Ammoniaks leicht eintretende Stofsen der Flüssigkeit vermeidet man am besten dadurch, dafs man bei der Verdünnung mit wenig Wasser verdünnt, die Lösung von dem zurückbleibenden Sande abgiefst, noch einmal Wasser zusetzt und wiederum abgiefst. Dies wiederholt man 3—4 mal, worauf man die Destillation in bekannter Weise ausführt.

6. Ammoniakstickstoff.

Nach Wolff erfolgt die Bestimmung des Ammoniakstickstoffes in der Weise, dafs man 100 g Feinerde mit 500 ccm Wasser übergiefst, in welchem 5 g ausgeglühte gebrannte Magnesia aufgeschlämmt sind. Darauf schüttelt man gut um, bringt 200 ccm in einen Destillationskolben und destilliert bei mäfsiger Kochhitze im Sandbade ab. Das Auffangen des Ammoniaks, sowie die titrimetrische Bestimmung desselben erfolgt in bekannter Weise.

7. Salpetersäurestickstoff.

1000 g des lufttrockenen Feinbodens werden mit so viel Wasser übergossen, dafs die Menge desselben mit der im Boden vorhandenen Feuchtigkeit 200 ccm beträgt. Man läfst unter häufigem Umschütteln 48 Stunden lang stehen, giefst die klare Flüssigkeit durch ein Filter und dampft

1000 ccm des Filtrates mit etwas Natriumkarbonat auf dem Wasserbade auf ein kleines Volumen ein. Sind gröfsere Mengen löslicher Humussubstanz vorhanden, so fällt man letztere durch Aufkochen mit Kalkmilch und entfernt den überschüssigen Kalk durch Einleiten von Kohlensäure. In dem Filtrate wird die Salpetersäure nach der Methode von Schlössing-Grandeau bestimmt, indem die Salpetersäure durch Eisenchlorürlösung und Salzsäure zu Stickstoffoxyd reduziert wird, welch letzteres dann durch Kochen ausgetrieben und aufgefangen wird. Aus dem gefundenen Volumen berechnet man die Salpetersäure. (Beschreibung des erforderlichen Apparates, sowie Ausführung der Bestimmung siehe unter Düngemittel.

8. Chlor.

300 g lufttrockene Feinerde werden mit so viel destilliertem Wasser übergossen, dafs die Gesamtmenge des letzteren 900 ccm beträgt. Unter Umschütteln läfst man 48 Stunden stehen, filtriert, dampft von dem Filtrate 450 ccm = 150 g Erde unter Zusatz von etwas kohlensaurem Natron bis auf ca. 200 ccm ein, filtriert abermals und titriert im letzten Filtrate das Chlor mit $^1/_{10}$ Normal-Silberlösung in bekannter Weise.

9. Schwefel.

25 g der lufttrockenen Feinerde werden in einer Platinschale mit einer konzentrierten Lösung von salpetersaurem Kalium und Kalilauge übergossen, das Wasser verdunstet und darauf die Masse bis zum Glühen erhitzt. Nach dem Erkalten kocht man mit verdünnter Salzsäure, welcher man etwas Salpetersäure zugesetzt hat, aus, dampft, um die Kieselsäure abzuscheiden, zur Trockne ein, nimmt mit verdünnter Salzsäure auf und fällt die Schwefelsäure mit Baryumchlorid.

Von der auf diese Weise gefundenen Schwefelsäure zieht man diejenige Menge ab, welche man in dem salzsauren Auszuge ermittelt hat und findet aus dieser Differenz die anorganischen resp. organischen Schwefelverbindungen.

Nach M. Fleischer[1]) werden 20 g der mit Wasser ausgelaugten und dann wieder getrockneten Feinerde in einem Verbrennungsrohre im Luftstrome geglüht. Hierdurch werden etwa vorhandene Schwefeleisenbindungen zersetzt und der Schwefel in Schwefelsäure und schweflige Säure übergeführt. Hierzu benutzt man den in Fig. 103 abgebildeten Apparat.

Die Erde wird in dem Verbrennungsrohr *A* lose zwischen Glaswollestopfen eingeschlossen. Das hintere Ende der Röhre wird mit einer

---

[1]) Wahnschaffe, Anleitung zur Boden-Untersuchung, 1887, 126.

halb mit Wasser gefüllten Gaswaschflasche *C* verbunden, um den durchzusaugenden Luftstrom kontrollieren zu können. Das ausgezogene Ende des Rohres mündet in eine Peligot'sche U-Röhre *B*, welche schwefelsäurefreie Kalilauge enthält. Auf dem anderen Ende dieser letzteren Röhre befestigt man ein Chlorkalziumrohr, welches mit Kalilauge angefeuchtete Glasperlen enthält. Dieses Rohr verbindet man durch das gebogene Kugelrohr mit einem Aspirator. In die Kugel bringt man etwas neutralisierte Lackmustinktur, welche während des Versuches ihre Farbe nicht verändern darf. Nun legt man das Rohr in einen Verbrennungsofen und erhitzt es, während ein beständiger Luftstrom hindurchstreicht, von hinten nach vorn gehend, bis zur Rotglut. Die am vorderen Ende sich kondensierenden Verbrennungsprodukte treibt man durch vorsichtiges Erhitzen in die Vorlage.

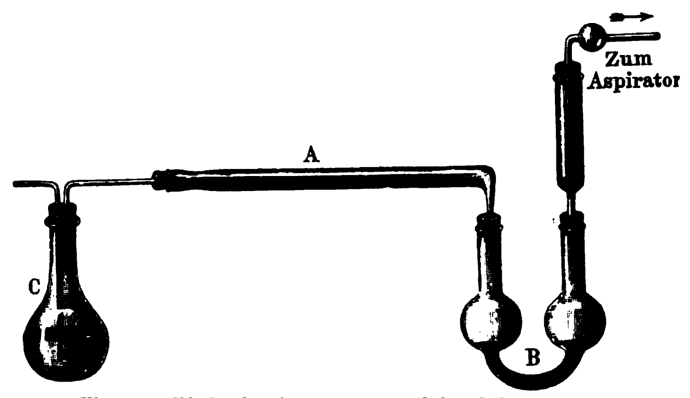


Fig. 103. Fleischer's Apparat zur Schwefelbestimmung.

Nach einiger Zeit übersättigt man die Kalilauge mit Brom, um die schweflige Säure in Schwefelsäure überzuführen, und verjagt das Brom durch Kochen. In der Lösung wird die Schwefelsäure in bekannter Weise mit Chlorbaryum ausgefällt. Der Niederschlag wird, ehe er auf das Filter gebracht wird, noch einmal mit verdünnter Salzsäure ausgekocht.

Fleischer berechnet die in pflanzenschädlicher Form vorhandene Schwefelsäure folgendermafsen:

1. als freie Schwefelsäure (der Schwefelsäurerest, welcher nach Verrechnung auf die Basen des Wasserauszuges übrig bleibt);
2. Schwefelsäure in Eisenvitriol enthalten (berechnet aus dem Eisenoxydulgehalt des Wasserauszuges);
3. Schwefelsäure, welche aus Schwefeleisen entstehen kann (durch Glühen des mit Wasser extrahierten Bodens erhalten).

10. Eisen.

In einen 250 oder 500 ccm-Kolben bringt man 10 g des lufttrockenen Bodens und übergiefst mit 100 ccm verdünnter (1 : 3) Schwefelsäure, nachdem man die Luft durch Einleiten von Kohlensäure verjagt hat. Darauf verschliefst man den Kolben durch ein Bunsen'sches Ventil. Unter häufigem Umschütteln wird zwei Stunden lang auf dem Wasserbade digeriert, nach dem Erkalten mit etwas Schwefelsäure enthaltendem Wasser zur Marke aufgefüllt und gut umgeschüttelt. Man läfst verkorkt stehen, bis die überstehende Flüssigkeit klar geworden ist, und titriert darauf in einem aliquoten Teil mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganat, wobei man die erste, einige Sekunden anhaltende Rötung der Lösung als Endreaktion annimmt. Bei humusreichem Boden erhält man leicht zu hohe Resultate, weil die gelöste organische Substanz schon in der Kälte auf Kaliumpermanganat wirkt.

Muster einer Bodenanalyse. (Sandiger Lehmboden.)[1]

	Obergrund %	Untergrund %		
I. Mechanische Analyse:				
Mineralkörner über 0,10 mm	2,45	5,75		
„ von 0,05 — 0,10 mm	28,35	26,63		
„ „ 0,01 — 0,05 „	36,32	37,30		
Mineralfeinerde bis zu 0,01 mm	32,88	30,32		
II. Chemische Zusammensetzung:				
Hygroskopisches Wasser	2,19	1,74		
Auf wasserfreien Boden berechnet:				
Chemisch gebundenes Wasser	2,421	1,765		
Humus	1,945	0,319		
Stickstoff	0,196	—		
Ammoniak	0,0094	—		
Salpetersäure	0,0038	—		
Chlor	0,0072	0,0045		
Gesamt-Glühverlust:			4,366	2,084
Zu übertragen:			4,366	2,084

[1]) J. König, Untersuchung landw. u. gew. Stoffe, 1891, 72.

	Obergrund %		Untergrund %	
Übertrag:		4,366		2,084
A. In Salzsäure lösl. Bestandteile:				
Kieselsäure	0,21		0,13	
Phosphorsäure	0,134		0,041	
Schwefelsäure	0,051		0,027	
Eisenoxydul	0,199		0,094	
Eisenoxyd	2,975		2,696	
Tonerde	0,954		0,897	
Kalk	0,574		0,792	
oder kohlensaures Kalzium	1,025		1,413	
Magnesia	0,207		0,187	
oder kohlensaures Magnesium	0,434		0,393	
Kali	0,123		0,098	
Natron	0,051		0,038	
Summe:		6,156		5,827
B. Durch Schwefelsäure aufgeschlossen:				
Kieselsäure	10,856		9,444	
Tonerde (Eisenoxyd)	4,855		4,554	
Kalk	0,214		0,201	
Magnesia	0,220		0,221	
Kali	0,377		0,457	
Natron	0,262		0,571	
Summe (als Ton):		16,784		15,448
C. Durch Flufssäure aufgeschlossen:				
Tonerde	1,666		0,829	
Kalk	0,097		0,179	
Kali	0,415		0,439	
Natron	0,282		0,349	
Daraus berechnet sich:				
Kaliumfeldspat =				
Kali 0,415 . 5,921[1]) =		2,457		2,599
Natriumfeldspat =				
Natrium 0,282 . 8,460[1]) =		2,385		2,952
Quarzsand		67,852		71,090
Summe:		100,000		100,000
III. Wasser-Kapazität	31,36		26,97	
IV. Absorptions-Koeffizient nach Knop	45,02		43,05	

[1]) Faktoren zur Umrechnung auf Kalium- resp. Natriumfeldspat.

b) Moorböden.

Probenahme.

Die Probenahme der Moorböden hat auch in der Weise zu geschehen. dafs die gezogenen Proben wirkliche Durchschnittsproben sind. Die von der Bremer Versuchsstation aufgestellten Grundsätze für die Entnahme von Proben folgen im Wortlaut:

„Da die chemischen und physikalischen Eigenschaften der zu land- und forstwirtschaftlicher Benutzung bestimmten Moore das Gedeihen der Kulturen wesentlich beeinflussen und sehr häufig für die Art und Weise der Benutzung mafsgebend sind, so empfiehlt es sich, vor der Inangriffnahme irgend welcher Kultur auf Flächen, über deren Verwertbarkeit genügende Erfahrungen noch nicht vorliegen — neben Feststellung der Wasser-Verhältnisse und sonstiger die Vegetation beeinflussenden Faktoren — den Boden auf seine chemische Zusammensetzung und diejenigen physikalischen Eigenschaften zu prüfen, welche für das Pflanzenwachstum besonders wichtig sind.

Soll aber die Untersuchung einwurfsfreie Resultate ergeben, so ist es vor allem geboten, bei der Entnahme der Proben die gröfste Sorgfalt und alle Vorsichtsmafsregeln zu beachten, um denselben den Charakter der Durchschnittsproben zu sichern.

Zu dem Zwecke stellt man zunächst durch Beobachtung des augenblicklichen Pflanzenwuchses fest, ob die in Betracht kommenden Ländereien

a) einen einheitlichen Charakter tragen,
b) bedeutende Verschiedenheiten aufweisen.

Im Falle a verteile man die Probenahme gleichmäfsig über die ganze Fläche in der Weise, dafs man an möglichst vielen Stellen

1. Proben von ca. 1—2 kg von der Oberfläche bis zu 20 cm Tiefe,
2. Proben von ca. 1—2 kg von 20 cm Tiefe bis zur Sohlentiefe der vorhandenen oder noch zu ziehenden Entwässerungsgräben aushebt.
3. Für den Fall, dafs die Gräben schon in den mineralischen Untergrund einschneiden, halte man den mineralischen Teil (Probe 3) von dem moorigen Teil der Probe 2 gesondert.



Im Falle b behandle man jede einzelne der untereinander verschiedenen Flächen für sich und entnehme somit weitere Proben: 1a, 2a usw., 1b usw.

Sämtliche Proben sub 1 werden auf das sorgfältigste durcheinander gemischt, daraus ein Durchschnittsmuster von 2—3 kg entnommen und in einen vorher mit unauslöschlicher Farbe numerierten Beutel verpackt. — Es ist wünschenswert, dafs der Durchschnittsprobe 1 ein unverletztes charakteristisches Stück der ursprünglichen Bodennarbe (Gras-, Heide-, Moornarbe) beigelegt werde.

Ebenso die Proben sub 2, sub 3, sub 1a usw.

Finden sich in der Nähe des Moores oder in erreichbarer Tiefe des Untergrundes mineralische Bodenarten: Sand, Lehm, Mergel, Wiesenkalk und dergl., welche möglicherweise für die Meliorierung des Moorbodens Bedeutung gewinnen können, so sind auch hiervon Durchschnittsproben von 1—$1^1/_2$ kg zu entnehmen und mit einer genauen Beschreibung der Lagerungs-Verhältnisse, des räumlichen Umfanges usw. zu versehen."

Volumgewicht.

Bei der Untersuchung der Moorböden spielt die Bestimmung des Volumgewichtes eine besonders grofse Rolle, denn bei der aufserordentlichen Verschiedenheit der Moorböden in bezug auf den Zersetzungszustand, den Gehalt an Mineralstoffen und die Dichtigkeit der Lagerung können nur die in einer bestimmten Schicht den Pflanzen zugänglichen Nährstoffe den wirklichen Nährstoffgehalt in dem Boden angeben. Aus diesem Grunde gibt man an, wieviel von den betreffenden Nährstoffen in einem bestimmten Volumen des Bodens z. B. auf einer Fläche von 1 ha in der Oberflächenschicht von 0,20 m oder in einer ebensolchen Schicht einer tieferen Lage vorhanden ist.

An der Moor-Versuchsstation wird die Bestimmung des Volumgewichtes oder des scheinbaren spezifischen Gewichtes folgendermafsen ausgeführt:[1])

Die Moorprobe wird sorgfältig gemischt und mit den Händen so dicht zusammengeprefst, als es ohne Aufbietung übermäfsiger Kraft geht; nach Herstellung einer ebenen Fläche wird aus derselben mit Hilfe einer vorher tarierten Blechform ein Würfel von 10 oder 15 cm Höhe entsprechend 1000 bezüglich 3375 ccm Inhalt ausgestochen, gewogen, die Moorsubstanz auf Hürden flach ausgebreitet, im Trockenschrank bei mäfsiger

[1]) König, Unters. landw. u. gew. w. Stoffe, Berlin 1891, 88.

Temperatur (90° C.) lufttrocken gemacht und nach dem Erkalten wieder gewogen. Diese Menge Boden dient zur Bestimmung der weiteren Bestandteile und wird zu diesem Zwecke gemahlen. In derselben führt man eine Trockensubstanzbestimmung aus und kann an der Hand dieser Zahlen berechnen, wieviel z. B. 1 cbm des Moores an frischer und durchaus trocken gedachter Substanz enthält, woraus man dann leicht mit Hilfe der prozentischen Analysenzahlen den absoluten Gehalt einer beliebigen Bodenmenge an wertbestimmenden Stoffen ermittelt.

Trockensubstanz.

Die Trockensubstanzbestimmung erfolgt in der Weise, dafs man 2—3 g der lufttrockenen Substanz in sehr dünner Schicht in einer möglichst geräumigen, mit Deckel tarierten Schale ausbreitet und über Schwefelsäure oder Phosphorsäureanhydrid trocknet. Die getrocknete Substanz mufs sehr schnell gewogen werden, da sie äufserst hygroskopisch ist. Es ist gut, den Inhalt der Schale während des Trocknens öfters umzurühren, denn die oberste Schicht des selbst in dünner Lage ausgebreiteten Bodens verlangsamt das Trocknen der unteren Schicht.

Veraschung.

Die Veraschung geschieht am besten in einer möglichst flachen, geräumigen Platinschale durch Glühen mit einem mit Sternaufsatz versehenen Bunsenbrenner. Die Hitze soll dunkle Rotglut nicht überschreiten. Gegen das Ende der Veraschung mufs häufig mit einem Platindraht umgerührt werden, weil die Kohleschicht auf der Oberfläche der Asche sonst schwer verbrennt.

Das Wägen der Asche mufs möglichst schnell und im bedeckten Tiegel geschehen, da die Asche äufserst hygroskopisch ist.

Bestimmung der einzelnen Bestandteile.

Die Bestimmung der einzelnen Bestandteile der Moorböden wird nach den unter Mineralböden angegebenen Methoden ausgeführt.



In dem Falle, dafs die Analyse nur die nötigen Anhaltspunkte für die Beurteilung der Kulturfähigkeit liefern soll, behandelt man die gewogene Asche mit konzentrierter Salzsäure von 1,135 spezifischem Gewicht unter Zusatz von etwas Salpetersäure und dampft zur Trockne. In dem Rückstand wird die Kieselsäure in bekannter Weise in die unlösliche Form übergeführt, darauf mit Salzsäure aufgenommen, filtriert und das Unlösliche, sowie im Filtrate Kalk und Phosphorsäure bestimmt.

In bezug auf weitere Untersuchungen der Böden mufs auf ausführliche Spezialwerke verwiesen werden.

Künstliche Düngemittel.

Stickstoffbestimmungen.

Der in den Düngemitteln befindliche Stickstoff wird, je nach der Art und Weise, wie er in ersteren vorkommt, verschieden bestimmt.

Der Stickstoff liegt entweder in der Form organischer Verbindungen, wie Eiweifsstoffe, Harnsäure, Guanin usw. vor, oder auch als Ammoniakverbindungen, oder auch schliefslich als Salpetersäure.

Die älteren Methoden zur Bestimmung des Stickstoffes (Elementaranalyse mit Kupferoxyd oder Verbrennung mit Natronkalk nach Will-Varrentrap) werden wohl nirgends mehr angewendet, sondern man benutzt fast ausschliefslich die von Kjeldahl angegebene Arbeitsweise in ihren verschiedenen Modifikationen.

Die Kjeldahl'sche Stickstoffbestimmung beruht darauf, dafs die stickstoffhaltige Substanz mit konzentrierter Schwefelsäure in Gegenwart oxydierender Körper erhitzt wird, wodurch der Stickstoff in zuerst schwefelsaures Ammon umgesetzt wird und darauf aus letzterem das Ammoniak frei gemacht und in titrierter Schwefelsäure aufgefangen wird.

Kjeldahl selbst benutzte als oxydierenden Körper übermangansaures Kali, welch letzteres von Wilfarth durch Quecksilber ersetzt wurde.

1. Stickstoffbestimmung salpetersäurefreier Substanzen nach Kjeldahl-Wilfarth.

Zur Ausführung der Bestimmung wägt man 1—2 g Substanz auf einem Tarierbleche ab und bringt dieselbe verlustlos in einen sogenannten Kjeldahl'schen Verbrennungskolben. Diese mit einem langen Halse versehenen Kolben sind aus schwer schmelzbarem Kaliglase angefertigt. Ganz vorzüglich bewähren sich hierzu Kolben aus Jenaer Glas. Man wählt Kolben von 300—500 ccm Inhalt. Beim Einbringen der Substanz bedient man sich eines Pinsels aus Glasfäden, um die letzten Anteile der Substanz von dem Tarierblech zu entfernen.

Hierauf gibt man 20 ccm konzentrierte Schwefelsäure hinzu, womit auch gleich etwa am Halse haftende Substanzteilchen in den Kolben hineingespült werden. Es ist bei dem Durchfeuchten der Substanz mit Schwefel-

säure darauf zu achten, dafs erstere vollständig von letzterer durchfeuchtet ist und dafs sich in dem Gemisch keine trockenen Klümpchen befinden. Ist letzteres der Fall, so kann leicht eine Verflüchtigung der Substanz und damit ein Stickstoffverlust stattfinden. Nun setzt man einen Tropfen Quecksilber hinzu, stellt den Kolben schräg auf ein Drahtnetz, damit beim Kochen nichts herausspritzt, und erhitzt ca. $^1/_2$ Stunde lang mit kleiner Flamme. Fig. 104 zeigt ein derartiges Gestell für 6 Verbrennungskolben. Anstatt des metallischen Quecksilbers kann auch etwa 0,7 g Quecksilberoxyd (auf nassem Wege dargestelltes, da das auf trockenem Wege gegewonnene leicht Salpetersäure enthält) oder auch pulverisiertes Kupferoxyd verwendet werden. Nach und nach wird nun die Flamme vergröfsert, bis man schliefslich mit voller Flamme erhitzt. Das Kochen wird so lange fortgesetzt, bis die Flüssigkeit wasserhell geworden ist, worauf man die Flamme ausdreht und die Lösung erkalten läfst.

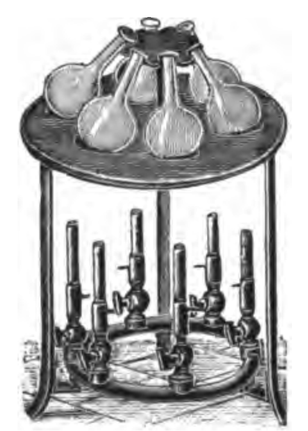


Fig. 104. Gestell für Verbrennungskolben (Kjeldahl's Methode).

Ist die Flüssigkeit erkaltet, so fettet man den Hals des Kolbens auf der Aufsenseite etwas ein und verdünnt die Lösung vorsichtig, damit nichts herausspritzt, mit etwa 20—30 ccm Wasser. Darauf giefst man die verdünnte Lösung in einen Destillationskolben und spült die letzten Anteile verlustlos aus dem Verbrennungskolben heraus. Die ganze zuzusetzende Wassermenge soll ungefähr 250 ccm betragen. Als Destillationskolben verwendet man mit Vorteil einen aus Kupfer gefertigten Erlenmeyer-Kolben. Bedient man sich bei der Verbrennung gröfserer, etwa 500—600 ccm fassender Kolben, so kann man dieselben auch zugleich als Destillationskolben benutzen. Wenn auch die Verbrennung in denselben langsamer vor sich geht, so hat man doch das Umgiefsen und damit einen Fehler vermieden. Als Destillationsapparat kann man nun einen wie in Fig. 105 abgebildeten Apparat mit Wasserkühlung oder auch einen wie in Fig. 106 gezeichneten einfachen Apparat ohne Wasserkühlung verwenden.

Bei diesen Destillationsapparaten ist *A* das Destillationsgefäfs, in welches die durch Verbrennung mit Schwefelsäure erhaltene Flüssigkeit hineingespült wird. Der Kolben *B* ist die Vorlage und wird mit einem genau ausgemessenen Quantum $^1/_4$ Normalsäure beschickt, um das überdestillierende Ammoniak zu binden. Das Destillationsrohr ist in eine Spitze ausgezogen, welche beinahe bis zum Boden des Auffangkolbens reicht und weit in die Säure eintaucht.

Ist der Destillationsapparat fertig zusammengesetzt, die Vorlage mit $^1/_4$ Normal-Schwefelsäure beschickt und die Verbrennungsflüssigkeiten in den Destillationskolben gebracht, so stellt man letztern auf das betreffende Gestell und wirft ein erbsengroſses Stück Paraffin und eine Federmesser-

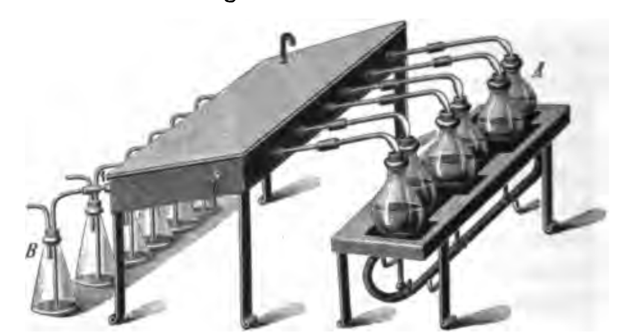


Fig. 105. Destillationsapparat mit Wasserkühlung. (Methode Kjeldahl).

spitze voll Zinkstaub hinzu, welch letzteren man durch mehrmaliges Schlämmen mit destilliertem Wasser von Schmutz befreit hat. Der Paraffinzusatz bezweckt die Vermeidung des Überkochens. Durch den Zinkstaub und die noch hinzuzusetzende Natronlauge entwickelt sich ein schwacher

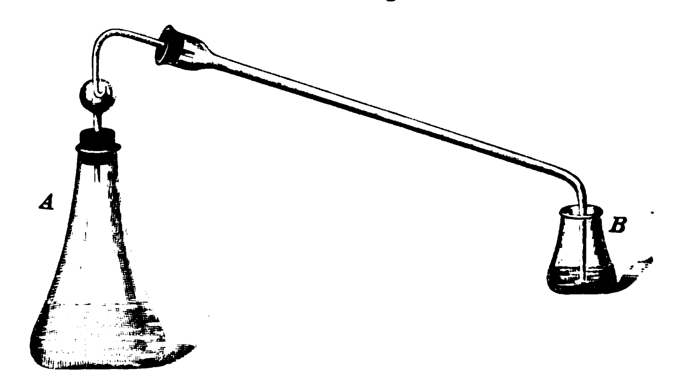


Fig. 106. Destillationsapparat ohne Wasserkühlung. (Methode Kjeldahl).

Wasserstoffstrom, welcher die Dampfbildung erleichtert und das Stoſsen der Flüssigkeit verhindert.

Hierauf gieſst man rasch ein Gemisch von 80 ccm salpetersäurefreier Natronlauge von 1,35 spez. Gew. und 20 ccm einer Schwefelkaliumlösung, welche 40 g Schwefelkalium im Liter enthält, hinzu und verbindet den Kolben so schnell wie möglich mit dem Destillationsrohr. Nun bringt man den Kolbeninhalt schnell zum Sieden und führt darauf die Destillation mit kleinerer Flamme zu Ende. Der Zusatz der Schwefelkaliumlösung hat

den Zweck, etwa entstandene Quecksilberamidoverbindungen zu zersetzen und das Quecksilber als Schwefelquecksilber auszufällen.

Sobald man sieht, dafs deutlich Wasserdämpfe übergehen, braucht das Destillationsrohr nicht mehr in die Flüssigkeit einzutauchen, sondern man hebt die Spitze zweckmäfsig einige Zentimeter über die Flüssigkeit und läfst die Röhre noch einige Minuten lang durch die Wasserdämpfe auswaschen, wobei zu beachten ist, dafs ein nicht zu kleiner Teil der Flüssigkeit überdestilliert ist; darauf spritzt man die Röhre von aufsen mit destilliertem Wasser ab und hebt sie aus dem Kolben heraus.

Die überschüssige Schwefelsäure wird darauf mit $^1/_4$ Normal-Natronlauge unter Verwendung von Lackmus, Rosolsäure oder auch Methylorange als Indikator zurücktitriert.

Beispiel. 1 g Fischguano wurde nach Kjeldahl verbrannt.

Vorgelegt wurden 75 ccm $^1/_4$ Normal-Schwefelsäure.

1 ccm Normal-Schwefelsäure entspricht 0,014 g Stickstoff (1000 ccm Normal-Schwefelsäure = 14 g N).

1 ccm $^1/_4$ Normal-Schwefelsäure entspricht $\frac{0,014}{4} = 0,0035$ g N.

1 ccm $^1/_4$ Normal-Natronlauge entspricht 0,0035 g N.

Beim Zurücktitrieren wurden verbraucht 29 ccm $^1/_4$ Normal-Natronlauge, es waren also durch überdestilliertes Ammoniak neutralisiert:

$$75 - 29 = 48 \text{ ccm } ^1/_4 \text{ Normal-Schwefelsäure.}$$

Da 1 ccm $^1/_4$ Normal-Schwefelsäure 0,0035 g Stickstoff entspricht, so zeigen diese 48 ccm

$$48 \,.\, 0,0035 = 0,168 \text{ g Stickstoff}$$

in 1 g Substanz an.

Der untersuchte Fischguano enthält also 16,8 Prozent Stickstoff.

2. Gesamtstickstoffbestimmung nach Kjeldahl-Jodlbauer.

Ist der Stickstoff in Form von Nitraten, Oxyden oder Cyanverbindungen vorhanden, so bestimmt man denselben nach der Jodlbauerschen Modifikation der Kjeldahl'schen Methode.

Die Jodlbauer'sche Modifikation besteht darin, dafs zu der Schwefelsäure im Verbrennungskolben Phenol hinzugesetzt wird, wodurch die Salpetersäure usw. zu Nitrophenol nitriert wird. Durch den später erfolgenden Zusatz von Zinkstaub wird letzteres zu Amidophenol reduziert, welches dann bei der Zersetzung den Stickstoff als Ammoniak abgibt.

Die Bestimmung selbst wird folgendermafsen ausgeführt:

Man wägt von dem betreffenden Dünger 1 g ab, bringt die Substanz in eine inwendig glasierte Reibschale und mischt dieselbe darin innig mit 2—3 g Gips. Diese Mischung führt man in einen nicht zu kleinen,

ca. 350 ccm fassenden Zersetzungskolben über, fügt 25 ccm Phenol-Schwefelsäure hinzu (40 g Phenol mit konzentrierter Schwefelsäure von 60° Bé. zu 1 l gelöst) und vermengt durch leichtes Hin- und Herbewegen. Nach Verlauf von 5 Minuten fügt man ganz allmählich und unter Abkühlung des Kolbens 2—3 g Zinkstaub und 2 Tropfen metallisches Quecksilber hinzu. Nun wird die Mischung gekocht, bis die Flüssigkeit wasserhell geworden ist.

Hierauf läfst man abkühlen und destilliert und berechnet, wie unter 1 angegeben.

3. Salpeterstickstoff.

a) Nach Ulsch.[1])

Die von Ulsch beschriebene Methode zur Bestimmung des Salpeterstickstoffes gründet sich darauf, dafs durch das Erwärmen einer Nitratlösung mit verdünnter Schwefelsäure und sehr fein verteiltem, im Wasserstoffstrome reduziertem Eisen, die Salpetersäure schnell und vollständig zu Ammoniak reduziert wird und dann als solches durch Destillation bestimmt werden kann.

Die Ausführung der Methode geschieht folgendermafsen:

25 ccm einer wässerigen Nitratlösung, welche höchstens 0,5 g Kaliumnitrat oder 0,4 g Natriumnitrat oder die äquivalente Menge eines anderen salpetersauren Salzes enthält — bei Chilisalpeter 8 g : 500, davon 25 ccm —, werden in einem $^1/_2$ l fassenden Kolben mit flachem Boden gebracht. Darauf setzt man 10 ccm verdünnte Schwefelsäure vom spez. Gew. 1,35 und schliefslich 5 g des käuflichen „Ferrum hydrogenio reductum" hinzu. Nachdem nach einigen Minuten die erste heftige Gasentwicklung aufgehört hat, erhitzt man langsam bis zum Sieden, wobei man die Hitze in dem Mafse, als die Reaktion schwächer wird, steigert. Das Erwärmen soll so gehandhabt werden, dafs nach etwa 4 Minuten, vom Beginn des Erwärmens an gerechnet, die Flüssigkeit unter noch andauernder Gasentwicklung zu sieden beginnt. Man erhält nun noch etwa eine halbe Minute im schwachen Sieden, worauf die Reaktion beendet ist. Alles in allem erfordert der ganze Vorgang ungefähr 5 Minuten.

Nun läfst man erkalten, verdünnt mit 50 ccm Wasser, fügt 20 ccm Natronlauge vom spezifischen Gewicht 1,25 hinzu und destilliert in bebekannter Weise das Ammoniak ab.

Bei dem geringen Flüssigkeitsvolumen wird das gesamte Ammoniak durch etwa 5—7 Minuten anhaltendes lebhaftes Kochen ausgetrieben.

Titration und Berechnung geschieht in bekannter Weise.

b) Nach Schlösing-Grandeau-Wagner.

Die Bestimmung des Salpeterstickstoffes nach Schlösing-Grandeau-Wagner erfordert den in Fig. 107 abgebildeten Apparat. In ein Koch-

[1]) Chemisches Zentralblatt 1890, 2, 925.

fläschchen von 250—300 ccm Inhalt, welches durch einen doppelt durchbohrten Kautschukstopfen verschlossen ist, reicht ein kleines Trichterrohr mit Glashahn. Durch die zweite Bohrung des Stopfens geht ein zweimal rechtwinklig gebogenes Glasrohr, welches in eine mit ausgekochtem Wasser angefüllte Glaswanne führt. In dieser ist das Rohr noch einmal senkrecht nach oben rechtwinklig umgebogen. Über diesem Rohrende befindet sich eine Gasmefsröhre, welche in $^1/_{10}$ cm geteilt ist. Die Glaswanne ist mit Ein- und Ausflufsrohr für frisches Wasser eingerichtet, wodurch das durch die abgekochte Salzsäure sauer werdende Wasser abgezogen und durch frisches Wasser ersetzt wird. Während der Bestimmungen streicht fortwährend ein Strom frischen Wassers durch die Glaswanne.

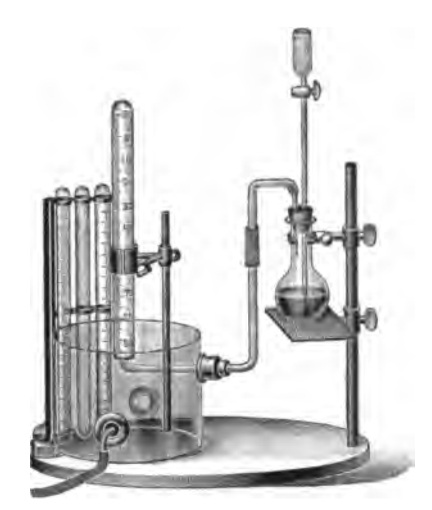


Fig. 107. Apparat zur Bestimmung des Salpeterstickstoffes (nach Schlösing-Grandeau-Wagner).

Nachdem der Apparat zusammengestellt ist, bringt man in das Kochfläschchen 40 ccm einer Eisenchlorürlösung, welche ca. 200 g Eisen im Liter enthält, und ebensoviel 20 prozentige Salzsäure. Hierauf giefst man einige Kubikzentimeter Salzsäure in die Trichterröhre und verdrängt die im Trichterröhrchen befindliche Luft durch Einfliefsenlassen der Salzsäure, so dafs das Trichterrohr seiner ganzen Länge nach mit Salzsäure angefüllt ist und sich noch etwas Salzsäure oben im Trichter befindet. Nun erhitzt man den Kolbeninhalt zum Sieden und bringt dann, sobald die atmosphärische Luft aus dem Kölbchen verdrängt ist, die mit Wasser gefüllte, 100 ccm fassende Mefsröhre über das Gasrohr. Ist dies geschehen, so füllt man 10 ccm einer „Normal-Salpeterlösung“, welche im Liter genau 33 g reines salpetersaures Natrium enthält, in den Trichter und läfst die Lösung langsam in die kochende Eisenlösung hineintropfen. Sobald die Salpeterlösung bis auf einen kleinen Rest aus dem Trichter gelaufen ist, gibt man 20 prozentige Salzsäure in den Trichter und spült so zweimal mit Salzsäure die letzten Spuren Salpeterlösung aus dem Trichter in den Kolben. Entwickelt sich kein Stickoxydgas mehr, so entfernt man die Gasmefsröhre von dem Glasrohr, verschliefst ihre Öffnung mit dem Daumen und stellt sie so in das Abkühlungsgefäfs (Fig. 108). Nun bringt man 10 ccm einer Lösung des zu untersuchenden Düngemittels, welche ebenfalls 33 g Substanz im Liter

enthält, in das Trichterrohr und verfährt genau in der soeben beschriebenen Weise. Ist auch hier das Gasmefsrohr gefüllt, d. h. ist die Gasentwicklung beendet, so kann man sofort mit einer weiteren Bestimmung beginnen, da die Eisenlösung für 6 bis 7 Analysen vollkommen ausreicht. Sämtliche Gasmefsröhren werden nun in dem Abkühlzylinder auf gleiche Temperatur gebracht und dann so eingestellt, dafs das Niveau des Wassers in der Röhre mit dem im Zylinder gleich ist, worauf man die Volumina abliest.



Fig. 108. Abkühlzylinder.

Die Berechnung ist sehr einfach und soll an folgendem Beispiel erläutert werden:

Beispiel. 10 ccm der „Normal-Salpetersäure" ergaben 90,0 ccm Stickoxydgas.

Von dem zu untersuchenden Chilisalpeter wurden 33 g zu einem Liter gelöst und 10 ccm zur Bestimmung verwendet, wobei 85,3 ccm Stickoxydgas erhalten wurden.

Der Chilisalpeter enthält also:

$$\frac{85{,}3 \cdot 100}{90{,}0} = 94{,}77\,\% \text{ salpetersaures Natron}$$

oder

$$\frac{94{,}77 \cdot 14}{85} = 15{,}6\,\% \text{ Stickstoff.}$$

4. Ammoniak-Stickstoff.

a) Durch Destillation.

Ist der Stickstoff in einem Düngemittel in der Form von Ammoniak vorhanden, so ist es natürlich unnötig, denselben nach **Kjeldahl**'s Verbrennungsmethode zu bestimmen. In diesem Falle genügt ein einfaches Abdestillieren einer gewogenen und in Wasser gelösten Substanzmenge unter Zusatz von Magnesia und Auffangen des Destillates in Schwefelsäure. Nach der Destillation wird die Schwefelsäure zurücktitriert und das gefundene Ammoniak auf Stickstoff berechnet.

b) Volumetrische Bestimmung.

Der Ammoniakstickstoff kann auch vermittelst des **Knop**'schen Azotometers (Fig. 109) volumetrisch bestimmt werden und sind die Resultate bei guter Ausführung sehr zuverlässig.

A ist ein zur Aufnahme der Bromlauge dienendes, ca. 200 ccm fassendes Glasgefäfs, auf dessen Boden das ca. 20 ccm fassende Zylinderchen *a*, in welches die abgemessene Ammoniaksalzlösung gegossen wird, festgeschmolzen ist. Der Hals des Entwicklungsgefäfses ist rauh geschliffen, damit eine Verschiebung des fest und tief einzudrückenden

Kautschukstopfens unmöglich wird. *B* ist ein Glasgefäfs, welches mit ungefähr 4 l kaltem Wasser gefüllt wird, *C* ein hoher, mit Wasser und etwas Salzsäure (letztere zur Verhütung von Pilzbildung) gefüllter Zylinder, dessen Deckel die kommunizierenden Büretten *c* und *d* und ferner ein kleines Thermometer trägt. Die Büretten und das sie speisende Gefäfs *h* sind mit Wasser gefüllt. Das Wasser kann etwas gefärbt werden.

Nach der Wagner'schen Vorschrift[1]) arbeitet man folgendermafsen:

Ausführung: In das festgeschmolzene Zylinderchen *a* des Gefäfses *A* werden 10 ccm der zu prüfenden Ammoniaklösung gebracht und mittelst

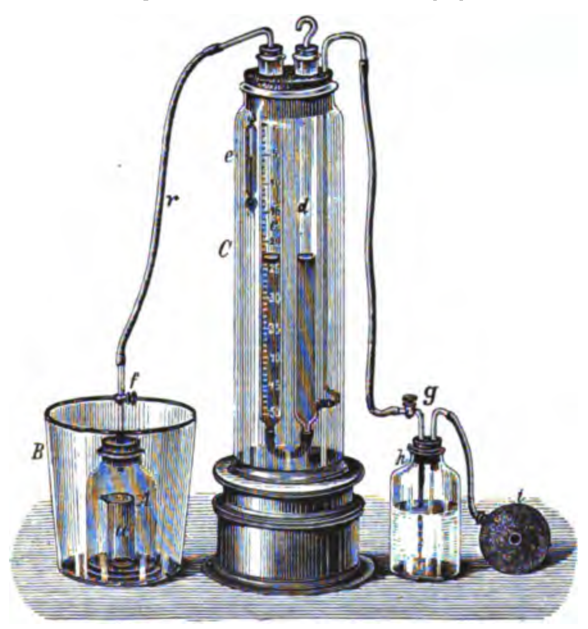


Fig. 109. Azotometer nach Knop.

eingesetzten Trichters 50 ccm Bromlauge in den weiten Raum des Zersetzungsgefäfses gegossen. Nachdem der Kautschukstopfen fest eingedrückt ist, wird das Gefäfs in den mit etwa 4 l Wasser gefüllten Behälter eingesetzt. Der Glashahn *f* wird darauf etwas gelöst, die Büretten *c*, *d* durch Zusammendrücken des Kautschukballons *i* unter gleichzeitigem Öffnen des Glashahnes *g* gefüllt und durch Ablassen bei *g* der Flüssigkeitsspiegel auf 0 eingestellt. Nach etwa 10 Minuten wird der (etwas eingefettete) Glashahn *f* wieder fest eingedrückt und geöffnet gehalten, so dafs die im Gefäfs *A* eingeschlossene Luft mit *c* in Verbindung bleibt.

[1]) Wagner, Lehrbuch der Düngerfabrikation, Braunschweig 1877, 161.

Man wartet etwa fünf Minuten und beobachtet dann, ob der Flüssigkeitsspiegel in *C* gestiegen ist; ist dies der Fall, so wird der Glashahn *f* nochmals gelüftet, wieder eingedrückt und abermals fünf Minuten gewartet. Ist der Flüssigkeitsspiegel auf 0 stehen geblieben, so hat das Entwicklungsgefäfs mit seinem Inhalt (unter gleichzeitiger durch die Brom-Natronlauge bewirkter Kohlensäureabsorption aus der eingeschlossenen Luft) die Temperatur des umgebenden kalten Wassers angenommen. Man läfst nun durch Öffnen des Glashahnes *g* etwa 30—40 ccm Flüssigkeit abfliefsen, nimmt das Entwicklungsgefäfs aus dem Wasser, neigt es, so dafs von dem Inhalt des Zylinderchens *a* ein kleiner Teil ausfliefst, dessen Vermischung mit der Bromlauge man durch Schwenken befördert, und wiederholt dies so lange, bis der gröfste Teil der ammoniakhaltigen Flüssigkeit ausgeflossen und zersetzt ist. Darauf schliefst man den Glashahn *f*, schüttelt das Zersetzungsgefäfs heftig, öffnet *f*, um den freigewordenen Stickstoff austreten zu lassen, schliefst wieder und schüttelt nochmals, bis beim Öffnen des Glashahnes der Wasserspiegel in *c* nicht mehr sinkt (ein dreimaliges heftiges Schütteln ist gewöhnlich ausreichend), und stellt das Entwicklungsgefäfs wieder in das Kühlwasser. Nach etwa 15—20 Minuten hat das Entwicklungsgefäfs mit seinem Inhalt wieder die frühere Temperatur (nämlich die des Kühlwassers) angenommen, während das in *c* eingetretene Gas die durch das eingehängte Thermometer angezeigte Temperatur des im Zylinder *C* befindlichen Wassers erhalten hat. Nachdem durch Ablassen bei *g* der Flüssigkeitsstand in *c* und *d* gleichgestellt ist, wird das entwickelte Stickstoffvolumen, die Temperatur des im Zylinder *C* enthaltenen Wassers, sowie der Barometerstand notiert und unter Benutzung der Dietrich'schen Korrektionstabellen das Gewicht des Stickstoffes berechnet.

Beispiel. Gefunden:

Entwickeltes Stickgas	21,5 ccm.
Temperatur	15^0 C.
Barometerstand	758 mm.

Nach Dietrich's Tabelle I sind in der Flüssigkeit des Zersetzungsgefäfses gelöst geblieben 0,57 ccm Stickstoff. Nach Tabelle II beträgt das Gewicht von 1 ccm des gefundenen Stickstoffvolumens 1,16814 mg. Das Gewicht des gesamten Stickstoffvolumens beträgt also

$$21{,}5 + 0{,}37 = 22{,}07 \,.\, 1{,}16814 = \mathbf{25{,}78} \text{ mg}$$

in der angewandten Substanzmenge, woraus der Prozentgehalt berechnet wird.

Nach Lunge ist eine Korrektion bezüglich des in der Lauge absorbierten Stickstoffes unnötig, es genügt vielmehr ein Zusatz von 2,5 Prozent zu dem abgelesenen Betrage. Es ist nur erforderlich, für jedes abgelesene, auf 0^0 und 760 mm reduzierte Kubikzentimeter 1,561 mg Ammoniak zu rechnen.

Tabelle XXI.

Dietrich's Tabelle I für die Absorption des Stickgases

in 60 ccm Entwicklungsflüssigkeit (50 ccm Brom-Natronlauge und 10 ccm Wasser) bei einem spezifischen Gewichte der Lauge von 1,1 und einer Stärke, daſs 50 ccm 200 mg N entsprechen, bei einer Entwicklung von 1—100 ccm Gas.

Entwickelt	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Absorbiert	0,06	0,08	0,11	0,13	0,16	0,18	0,21	0,23	0,26	0,28
Entwickelt	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Absorbiert	0,31	0,33	0,36	0,38	0,41	0,43	0,46	0,48	0,51	0,53
Entwickelt	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Absorbiert	0,56	0,58	0,61	0,63	0,66	0,68	0,71	0,73	0,76	0,78
Entwickelt	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40
Absorbiert	0,81	0,83	0,86	0,88	0,91	0,93	0,96	0,98	1,01	1,03
Entwickelt	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50
Absorbiert	1,06	1,08	1,11	1,13	1,16	1,18	1,21	1,23	1,26	1,28
Entwickelt	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60
Absorbiert	1,31	1,33	1,36	1,38	1,41	1,43	1,46	1,48	1,51	1,53
Entwickelt	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70
Absorbiert	1,56	1,58	1,61	1,63	1,66	1,68	1,71	1,73	1,76	1,78
Entwickelt	71	72	73	74	75	76	77	78	79	80
Absorbiert	1.81	1,83	1,86	1,88	1,91	1,93	1,96	1,98	2,01	2,03
Entwickelt	81	82	83	84	85	86	87	88	89	90
Absorbiert	2,06	2,08	2,11	2,13	2,16	2,18	2,21	2,23	2,26	2,28
Entwickelt	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100
Absorbiert	2,31	2,33	2,36	2,38	2,41	2,43	2,46	2,48	2.51	2,53

Tabelle XXII.

Dietrich's Tabelle II für die Gewichte eines Kubikzentimeters Stickstoff in Milligramm

bei einem Drucke von 720—770 mm Quecksilber und bei den Temperaturen von 10—25° C.

Temperatur nach Grad C.	720	722	724	726	728	730	732	734	736	738	740	742	744
10	1,13380	1,13699	1,14018	1,14337	1,14656	1,14975	1,15294	1,15613	1,15932	1,16251	1,16570	1,16889	1,17208
11	1,12881	1,13199	1,13517	1,13835	1,14153	1,14471	1,14789	1,15107	1,15424	1,15742	1,16060	1,16378	1,16696
12	1,12376	1,12693	1,13010	1,13326	1,13643	1,13960	1,14277	1,14593	1,14910	1,15227	1,15543	1,15860	1,16177
13	1,11875	1,12191	1,12506	1,12822	1,13138	1,13454	1,13769	1,14085	1,14401	1,14716	1,15032	1,15348	1,15663
14	1,11369	1,11684	1,11999	1,12313	1,12628	1,12942	1,13257	1,13572	1,13886	1,14201	1,14515	1,14830	1,15145
15	1,10859	1,11172	1,11486	1,11799	1,12113	1,12426	1,12739	1,13053	1,13366	1,13680	1,13993	1,14306	1,14620
16	1,10346	1,10658	1,10971	1,11283	1,11596	1,11908	1,12220	1,12533	1,12845	1,13158	1,13470	1,13782	1,14095
17	1,09828	1,10139	1,10450	1,10761	1,11073	1,11384	1,11695	1,12006	1,12317	1,12629	1,12940	1,13251	1,13562
18	1,09304	1,09614	1,09924	1,10234	1,10544	1,10854	1,11165	1,11475	1,11785	1,12095	1,12405	1,12715	1,13025
19	1,08774	1,09083	1,09392	1,09702	1,10011	1,10320	1,10629	1,10938	1,11248	1,11557	1,11866	1,12175	1,12484
20	1,08246	1,08554	1,08862	1,09170	1,09478	1,09786	1,10094	1,10402	1,10710	1,11018	1,11327	1,11635	1,11943
21	1,07708	1,08015	1,08322	1,08629	1,08936	1,09243	1,09550	1,09857	1,10165	1,10472	1,10779	1,11086	1,11393
22	1,07166	1,07472	1,07778	1,08084	1,08390	1,08696	1,09002	1,09308	1,09614	1,09921	1,10227	1,10533	1,10839
23	1,06616	1,06921	1,07226	1,07531	1,07836	1,08141	1,08446	1,08751	1,09056	1,09361	1,09666	1,09971	1,10276
24	1,06061	1,06365	1,06669	1,06973	1,07277	1,07581	1,07885	1,08189	1,08493	1,08796	1,09100	1,09404	1,09708
25	1,05499	1,05801	1,06104	1,06407	1,06710	1,07013	1,07316	1,07619	1,07922	1,08225	1,08528	1,08831	1,09134

(Noch Tabelle XXII)

Temperatur nach Grad C.	746	748	750	752	754	756	758	760	762	764	766	768	770
10	1,17527	1,17846	1,18165	1,18484	1,18803	1,19122	1,19441	1,19760	1,20079	1,20398	1,20717	1,21036	1,21355
11	1,17014	1,17332	1,17650	1,17968	1,18286	1,18603	1,18921	1,19239	1,19557	1,19875	1,20193	1,20511	1,20829
12	1,16493	1,16810	1,17127	1,17444	1,17760	1,18077	1,18394	1,18710	1,19027	1,19344	1,19660	1,19977	1,20294
13	1,15979	1,16295	1,16611	1,16926	1,17242	1,17558	1,17873	1,18189	1,18505	1,18820	1,19136	1,19452	1,19768
14	1,15459	1,15774	1,16088	1,16403	1,16718	1,17032	1,17347	1,17661	1,17976	1,18291	1,18605	1,18920	1,19234
15	1,14933	1,15247	1,15560	1,15873	1,16187	1,16500	1,16814	1,17127	1,17440	1,17754	1,18067	1,18381	1,18694
16	1,14407	1,14720	1,15032	1,15344	1,15657	1,15969	1,16282	1,16594	1,16906	1,17219	1,17531	1,17844	1,18156
17	1,13873	1,14185	1,14496	1,14807	1,15118	1,15429	1,15741	1,16052	1,16365	1,16674	1,16985	1,17297	1,17608
18	1,13335	1,13645	1,13955	1,14266	1,14576	1,14886	1,15196	1,15506	1,15816	1,16126	1,16436	1,16746	1,17056
19	1,12794	1,13103	1,13412	1,13721	1,14030	1,14340	1,14649	1,14958	1,15267	1,15576	1,15886	1,16195	1,16504
20	1,12251	1,12559	1,12867	1,13175	1,13483	1,13791	1,13999	1,14408	1,14716	1,15024	1,15332	1,15640	1,15948
21	1,11700	1,12007	1,12314	1,12621	1,12928	1,13236	1,13543	1,13850	1,14157	1,14464	1,14771	1,15078	1,15385
22	1,11145	1,11451	1,11757	1,12063	1,12369	1,12675	1,12982	1,13288	1,13594	1,13900	1,14296	1,14512	1,14818
23	1,10581	1,10886	1,11191	1,11496	1,11801	1,12106	1,12411	1,12716	1,13021	1,13326	1,13631	1,13936	1,14241
24	1,10012	1,10316	1,10620	1,10924	1,11228	1,11532	1,11835	1,12139	1,12443	1,12747	1,13051	1,13355	1,13659
25	1,09437	1,09740	1,10043	1,10346	1,10649	1,10952	1,11255	1,11558	1,11861	1,12164	1,12467	1,12770	1,13073

Phosphorsäurebestimmungen.

Entgegen der früher allgemein herrschenden Annahme, dafs die Phosphorsäure als dreibasische Säure von der Zusammensetzung H_3PO_4 nur drei Reihen von Salzen

$CaH_4(PO_4)_2$, Monokalziumphosphat,
$Ca_2H_2(PO_4)_2$, Dikalziumphosphat,
$Ca_3(PO_4)_2$, Trikalziumphosphat,

bilde, fanden Hilgenstock und Stutzer,[1]) dafs in dem Thomasphosphatmehl die Phosphorsäure in Form von Tetrakalziumphosphat

$$Ca_3(PO_4)_2CaO$$

vorhanden ist. Neuerlich ist von Wagner die Meinung geltend gemacht worden, dafs eine Doppelverbindung des phosphorsauren Kalkes mit Silikat für die Wirkung des Thomasmehles mafsgebend ist.

Von diesen Formen des phosphorsauren Kalkes ist das Monokalziumphosphat in Wasser löslich, weswegen man in den Düngemitteln die Phosphorsäure desselben als wasserlösliche Phosphorsäure anspricht und bestimmt.

Das Dikalziumphosphat ist in Wasser unlöslich, löslich dagegen in zitronensaurem Ammoniak. Wenn das Dikalziumphosphat nicht schon von vornherein in den Düngemitteln vorhanden ist, so kann es in denselben durch Wechselwirkung von Eisen- und Tonerdeverbindungen auf den einbasisch phosphorsauren Kalk entstehen. Diesen Prozefs nennt man das „Zurückgehen" der Phosphorsäure, weshalb man bei der Analyse das Dikalziumphosphat oder die zurückgegangene Phosphorsäure bestimmt.

Die gesättigten sowie auch die basischen Verbindungen der Phosphorsäure mit Kalk, Tonerde und Eisenoxyd, welche in den natürlichen Phosphaten vorkommen (Phosphorit, Apatit, Knochenmehl usw.), sind unlösliche Verbindungen, welche nur durch starke Säuren vollständig in Lösung gebracht werden.

Wie schon oben hervorgehoben, findet sich im Thomasphosphat, und zwar nur in diesem, das Tetrakalziumphosphat, welches die schnelle Wirkung dieses Phosphates bedingt. Durch eine verdünnte Zitratlösung (zitronensaures Ammon) wird fast die ganze Menge der Phosphorsäure ebenso leicht gelöst, wie im Dikalziumphosphat.

Der Gehalt an wasserlöslicher Phosphorsäure bestimmt im allgemeinen den Wert der aufgeschlossenen Phosphate; bei andern wieder, wie beim präzipitierten phosphorsauren Kalk, richtet sich der Wert nach dem Gehalt an Dikalziumphosphat; im Phosphoritmehl ist das Tri- und endlich im Thomasmehl das Tetrakalziumphosphat der mafsgebende Faktor.

---

[1]) Repert. f. anal. Chemie 6, 425.



Sind die Superphosphate nicht vollständig aufgeschlossen, oder enthalten sie Eisen und Tonerde, so findet sich in denselben fast stets wasserlösliche, zitratlösliche und auch unlösliche Phosphorsäure.

Für die gesonderte Bestimmung dieser Phosphorsäureverbindungen sind daher besondere Bestimmungsmethoden erforderlich, welche im folgenden beschrieben werden.

1. Wasserlösliche Phosphorsäure.

a) Molybdän-Methode.

Zur Ausführung dieser Methode sind folgende Lösungen erforderlich:

1. Molybdänlösung,
2. angesäuerte Ammoniumnitratlösung zum Auswaschen,
3. Magnesiamischung,
4. $2^1/_2$ prozentige Ammoniaklösung.

Die Bereitung der Lösungen siehe Anhang. Die Bestimmung selbst wird folgendermafsen ausgeführt:

Man bereitet sich von dem zu untersuchenden Phosphat einen wässerigen Auszug, welcher in 50 ccm oder bei hochprozentigen Phosphaten in 25 ccm nicht mehr als 0,1—0,2 g Phosphorsäure enthält. Diese 50 ccm oder (25 ccm + 25 ccm Wasser) bringt man in einen ca. 400 ccm fassenden Erlenmeyer-Kolben, fügt 200 ccm Molybdänlösung hinzu und digeriert das Ganze 4—6 Stunden im Wasserbade bei 60° C. Nach dem Erkalten nimmt man von der überstehenden Flüssigkeit 2—3 ccm mit der Pipette heraus, bringt in ein Reagenzglas, fügt die doppelte Menge Molybdänlösung hinzu und erhitzt bis zum Kochen. Sollte hierbei noch ein gelber Niederschlag entstehen, so bringt man die Probe verlustlos in den Kolben zurück, fügt noch mehr Molybdänlösung hinzu und digeriert von neuem auf dem Wasserbade.

Hierauf dekantiert man durch ein kleines Filter und wäscht den im Kolben verbliebenen Niederschlag mit verdünnter Molybdänlösung (1:3) oder verdünnter Ammoniumnitratlösung so lange aus, bis im Filtrat kein Kalk mehr nachzuweisen ist. Man prüft auf Kalk, indem man eine Probe des Filtrates zuerst mit Ammoniak übersättigt und darauf oxalsauren Kalk zusetzt; entsteht keine Trübung, so ist das Filtrat kalkfrei.

Ist dies der Fall, so löst man den gelben Niederschlag von phosphormolybdänsaurem Ammon in verdünntem (1 : 3) warmen Ammoniak, indem man Filter mit Trichter über den Erlenmeyer-Kolben hängt und dann, ohne das Filter zu durchstechen, aus einer Spritzflasche die Ammoniakflüssigkeit auf das Filter tropfen läfst, bis sich der Niederschlag eben gelöst hat, und wäscht darauf das Filter mit heifsem Wasser, dem einige Tropfen Ammoniak hinzugesetzt sind, vollkommen aus.

Das Filtrat wird mit so viel konzentrierter Salzsäure versetzt, dafs der entstehende Niederschlag sich noch eben leicht löst. Ist die Lösung

vollkommen abgekühlt, so setzt man tropfenweise und unter fortwährendem Umrühren mit einem Glasstabe, ohne die Wände zu berühren, so viel Magnesiamixtur hinzu, dafs auf 0,1 g Phosphorsäure 10 ccm kommen, fügt noch $^1/_3$ des Volumens Ammoniak (spezifisches Gewicht 0,96) hinzu, rührt nochmals um und läfst 2 Stunden an einem kühlen Orte stehen.

Hierauf filtriert man durch ein quantitatives Filter, wäscht mit $2^1/_2$ prozentiger Ammoniaklösung so lange aus, bis die Chlorreaktion verschwunden ist, und verascht das Filter im gewogenen Platintiegel. Ist das Filter verbrannt, so befeuchtet man den Rückstand mit etwas Salpetersäure und erwärmt vorsichtig. Ist der Rückstand weifs gebrannt, so glüht man bis zur Erreichung eines konstanten Gewichtes auf dem Gebläse und wägt nach dem Erkalten.

Aus dem Gewicht der gefundenen Menge pyrophosphorsaurer Magnesia berechnet man die Menge der Phosphorsäure. Faktor siehe Anhang.

b) Zitrat-Methode.

Bei der Zitratmethode wird die Phosphorsäure direkt durch Magnesiamixtur gefällt. Das Ausfällen von Kalk, Eisen, Tonerde usw. wird durch vorherigen Zusatz von zitronensaurem Ammoniak verhindert.

Zur Ausführung der Methode sind folgende Lösungen erforderlich:

1. Zitratlösung,
2. Magnesiamischung, wie bei der Molybdänmethode.

Von der wässerigen Lösung des Superphosphates werden 50 ccm, entsprechend 0,1—0,2 g Phosphorsäure, in einen Erlenmeyer-Kolben mit 50 ccm Zitratlösung versetzt[1]) und sofort 25 ccm Magnesiamixtur hinzugefügt. Um die Fällung zu beschleunigen, setzt man den Kolben in einen Schüttelapparat oder rührt mittelst eines Rührwerkes $^1/_2$ Stunde lang. Die Filtration kann nun entweder sofort oder nach beliebiger Zeit geschehen.

Am schnellsten geht die Filtration vor sich unter Benutzung eines Gooch-Tiegels von Platin, dessen durchlöcherter Boden mit feinem Asbest bedeckt ist, und einer Wasserstrahlluftpumpe. Man spült das Ammoniummagnesiumphosphat mittelst 5 prozentigem Ammoniak in den Tiegel und wäscht mit derselben Lösung aus. Hierauf trocknet man den Tiegel von aufsen mit Filtrierpapier ab, trocknet weiter auf einer erhitzten Eisen- oder Porzellanplatte, bis der Niederschlag rissig wird, und glüht darauf 3—5 Minuten lang. Nachdem man den Tiegel mit Rückstand gewogen hat, ist ersterer gleich wieder für eine neue Filtration fertig.

---

[1]) Sollte sich die Flüssigkeit bei dem Zusatze der Zitratlösung dauernd trüben (eine stets auftretende Trübung verschwindet meistens beim Umschütteln), so setzt man noch etwas mehr Zitratlösung hinzu, worauf die Trübung verschwindet.

Hat man keinen Gooch-Tiegel zur Verfügung, so behandelt man den Niederschlag in derselben Weise, wie bei der Molybdänmethode angegeben.

2. Zitratlösliche Phosphorsäure.

Wie schon oben hervorgehoben, gründet sich die Bestimmung der „zitratlöslichen Phosphorsäure" auf ihre Löslichkeit in einer sauren oder neutralen Lösung von zitronensaurem Ammoniak. In dieser Lösung ist auch die „wasserlösliche Phosphorsäure" löslich und wird daher mitbestimmt. Trotzdem nun aber eine grofse Anzahl wertvoller Arbeiten über die Bestimmung der sogenannten zurückgegangenen Phosphorsäure in Superphosphaten, der assimilierbaren oder zitratlöslichen Phosphorsäure in Präzipitaten, halbaufgeschlossenen Knochenmehlen usw. vorliegt, so ist es doch bis jetzt noch nicht gelungen, eine absolut zuverlässige Methode zur Bestimmung dieser Phosphorsäure zu erhalten.

Man kann selbst nach den besten Methoden nur dann einigermafsen übereinstimmende Resultate erwarten, wenn die Vorbereitung der Proben zur Analyse, sowie auch letztere selbst in stets genau derselben Weise und nach demselben Verfahren ausgeführt werden.

Die erste Petermann'sche Methode[1]) zur Bestimmung der zitratlöslichen Phosphorsäure wurde 1881 von den in Halle versammelten Agrikulturchemikern als unzureichend bezeichnet und für die Ausführung derselben folgende Vorschrift aufgestellt.

Erforderlich sind:

Die sogenannte Petermann'sche Lösung. Zitronensäure wird in Ammoniak bis zur neutralen Reaktion aufgelöst, die Flüssigkeit durch Zusatz von Wasser auf 1,09 spezifisches Gewicht gebracht und dann pro Liter mit 50 ccm Ammoniak versetzt.

Magnesiamischung. Wie bei der Molybdänmethode.

5 g Superphosphat oder 1 g Präzipitat oder 2 g Superphosphat mit viel zurückgegangener Phosphorsäure werden unter Zerdrücken in einer Schale mit 100 ccm Petermann'scher Zitratlösung in einen $^1/_4$ l-Kolben gespült, 1 Stunde bei 40° C. digeriert, dann abgekühlt, bis zur Marke aufgefüllt und im Filtrat die Phosphorsäure bestimmt, indem 50 oder 100 ccm des Filtrates mit 60 ccm der gebräuchlichen Magnesiamixtur versetzt und ca. 15 Stunden stehen gelassen werden. Die gefällte phosphorsaure Ammoniakmagnesia wird weiter wie bei der Molybdänmethode behandelt.

---

[1]) Zeitschr. f. analyt. Chemie 19, 142.

3. Gesamt-Phosphorsäure.

Um die Gesamtphosphorsäure bestimmen zu können, ist es erforderlich, die Substanz aufzuschliefsen, damit die unlöslichen Phosphate in Lösung gebracht werden.

Die Art, wie die Phosphate aufgeschlossen werden, ist verschieden, je nachdem das Düngemittel weniger oder mehr organische Substanz enthält.

Sind gröfsere Mengen organischer Bestandteile nicht vorhanden, so wird die zu untersuchende Substanz je nach ihrer Beschaffenheit in verschiedenen Mineralsäuren gelöst. Welche Säure in jedem einzelnen Falle anzuwenden ist, wird später angegeben werden.

Organische Substanzen dürfen nicht durch Glühen zerstört werden, da hierdurch aus dem Monokalziumphosphat Metaphosphat entsteht. In diesem Falle schliefst man die Substanz durch Glühen mit einem Gemisch aus Natriumkarbonat und Salpeter auf. 0,4—0,5 g Phosphat mischt man mit 1,2—1,5 g eines Gemisches aus 3 Teilen kohlensaurem Natrium und 1 Teil salpetersaurem Kali, glüht stark und so lange, bis die Masse ruhig fliefst.

Nach dem Erkalten legt man den Tiegel in ein Becherglas, weicht die Schmelze mit Wasser auf und setzt so lange vorsichtig Salpetersäure hinzu, bis ein Überschufs vorhanden ist.

Nun nimmt man den Tiegel heraus, spült denselben sorgsam ab, dampft die Flüssigkeit zur Entfernung der Säure und zur gleichzeitigen Ausscheidung der Kieselsäure zur Trockne ein, nimmt den Rückstand mit etwas Salpetersäure auf, filtriert, wäscht das Filtrum mit warmem Wasser aus und fällt im Filtrat die Phosphorsäure mit Molybdänsäure.

Der Niederschlag wird wie unter der Molybdänmethode angegeben, behandelt.

Kalibestimmungen.

1. Genaue Methode zur Bestimmung des Kalis auch bei Gegenwart von Phosphorsäure, Eisen, Aluminium usw.

Sind in einem Düngemittel, welches auf seinen Gehalt an Kali untersucht werden soll, Schwefelsäure und Phosphorsäure enthalten, so müssen diese Säuren zuerst entfernt werden.

Es ist nicht erforderlich, die alkalischen Erden abzuscheiden, weil diese mit dem Platinchlorid in Alkohol lösliche Doppelsalze bilden. Nur das Kaliumplatinchlorid ist in Alkohol unlöslich.

Die Kalibestimmung selbst wird nun folgendermafsen ausgeführt:

10 g der durch ein 1 mm-Sieb gesiebten Substanz werden mit 400 ccm Wasser $^1/_4$ Stunde lang gekocht, nach dem Abkühlen zu 500 ccm aufgefüllt und darauf filtriert.

100 ccm dieses Filtrates werden in einem 500 ccm-Kolben mit 5—10 ccm Salzsäure und 100 ccm Wasser versetzt, zum Kochen erhitzt, worauf man dann die Schwefelsäure durch kalifreies Chlorbaryum ausfällt. Nach der Fällung kocht man noch einige Zeit lang, kühlt darauf ab, füllt bis zur Marke auf und filtriert.

Von diesem Filtrat bringt man wiederum 250 ccm in einen 500 ccm-Kolben, erhitzt und versetzt, wenn viel Phosphorsäure vorhanden ist, mit Eisenchlorid, fügt Ammoniak hinzu, bis die Lösung alkalisch ist, setzt darauf noch Ammoniumkarbonatlösung im Überschusse hinzu, läfst erkalten, füllt zum Liter auf und filtriert durch ein trockenes Faltenfilter.

250 ccm des Filtrates = 0,5 g Substanz werden in einer Platinschale zur Trockne verdampft und darauf zuerst vorsichtig, um ein Verspritzen zu vermeiden, später dann stärker bis zur dunklen Rotglut erhitzt, um die Ammoniumsalze völlig zu vertreiben.

Die Schale läfst man nun erkalten und wägt den Rückstand. Diesen nimmt man darauf mit wenig heifsem Wasser auf, filtriert durch ein kleines Filter in eine gewogene Porzellanschale, wäscht Filter und Platinschale mit heifsem Wasser völlig aus, fügt darauf einige Tropfen Salzsäure hinzu und verdampft zur Trockne.

Nun setzt man 2—3 ccm Wasser und darauf auf je 1 g Salzrückstand in der Platinschale $3^1/_2$ ccm Platinchloridlösung (1 : 20) hinzu, dampft auf dem Wasserbade bis zur Sirupkonsistenz ein, verreibt nach dem Erkalten den Rückstand mit wenig 80 prozentigem Alkohol, fügt weitere 50—60 ccm Alkohol gleicher Stärke hinzu und rührt um.

Hierauf läfst man 2—3 Stunden ruhig stehen, dekantiert durch ein kleines Filter, wäscht mit 80 prozentigem Alkohol aus, verfährt wie früher angegeben und trocknet 2—3 Stunden bei 130° C.

Das erhaltene Gewicht des Kaliumplatinchlorids multipliziert man mit 0,194 und erhält so die Menge des vorhandenen Kalis (K_2O), welches dann auf Prozente berechnet wird.

2. Schnelle Methode.

In den Stafsfurter Kalisalzen, Chlorkalium oder Sylvin, Carnallit, $KCl + MgCl_2 + 6H_2O$, Kainit, $MgSO_4 + K_2SO_4 + MgCl_2 + 6H_2O$, Polyhalit, $2CaSO_4 + MgSO_4 + K_2SO_4 + 2H_2O$, kann man das Kali auch nach der Fresenius'schen abgekürzten Methode bestimmen. Man erhält jedoch nach dieser Methode nur dann brauchbare Zahlen, wenn man den auf dem Filter gesammelten Niederschlag wieder in heifsem Wasser löst und das getrocknete Filter zurückwägt.[1]) Der Niederschlag von Kaliumplatinchlorid enthält noch gewisse Mengen von Verunreinigungen,

[1]) Lunge, Chem.-Techn. Unters.-Meth. II, 411.

wodurch man ein zu hohes Resultat erhält. Für diese Zwecke eignet sich der Gooch'sche Tiegel oder ein Soxhlet'sches Asbestrohr vorzüglich. Man sammelt zuerst das Kaliumplatinchlorid auf der Asbestschicht, trocknet und wägt, worauf man das Kaliumplatinchlorid in heifsem Wasser auflöst, auswäscht, darauf trocknet und die Verunreinigungen im Tiegel oder im Rohr zurückwiegt.

Die Ausführung der Bestimmung selbst geschieht folgendermafsen:

250 ccm der wie vorher angegeben bereiteten Lösung des Salzes versetzt man in einem 500 ccm-Kolben mit 10 ccm Salzsäure und kalifreier Chlorbaryumlösung, wobei man einen gröfseren Überschufs vermeidet. Nach dem Erkalten füllt man zur Marke auf, filtriert und dampft von dem Filtrat 50 ccm = 0,5 g Substanz in einer Porzellanschale zur Trockne. Der Rückstand wird in 10—15 ccm Wasser wieder aufgenommen, mit 10—20 ccm Platinchloridlösung (1 : 20) versetzt und bis fast zur Trockne eingedampft. Nachdem der Sirup erkaltet ist. wird derselbe mit wenig 80 prozentigem Alkohol aufgenommen, mit dem Pistill zerrieben, weitere 50—60 ccm 80 prozentigen Alkohols hinzugesetzt und nach 2—3 Stunden filtriert. Das Filter wird mit 80 prozentigem Alkohol ausgewaschen und bei 100—120° C. bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

Hierauf löst man das Kaliumplatinchlorid auf dem Filtrum in heifsem Wasser, wäscht das Filter gut aus, deckt mit Alkohol nach, worauf man das Filter trocknet und wägt.

Die Differenz der beiden Wägungen gibt die Menge des Kaliumplatinchlorides an, welche dann auf Kali (K_2O) zu berechnen ist. Faktor siehe oben und Anhang.

Vorschriften für die Untersuchung der einzelnen Düngemittel.

Probenahme.

Bei der Untersuchung der künstlichen Düngemittel ist zur Erzielung richtiger Resultate, wie überall, eine gute und sorgfältige Probenahme erforderlich. Bei pulverförmigen Düngemitteln nimmt man von verschiedenen Stellen Einzelproben, welche dann sorgfältigst durchgemischt werden, und zieht hieraus die für die Untersuchung bestimmte Probe. Die Proben müssen so aufbewahrt werden, dafs sie weder Wasser verlieren noch aufnehmen können.

Vorbereitung der Proben im Laboratorium und allgemeine Bestimmungen.

Für die Untersuchung der künstlichen Düngemittel wurden im Jahre 1890 in Bremen seitens der Vorsteher deutscher landwirtschaftlicher Versuchs-Stationen folgende Vereinbarungen betreffs Vorbereitung der Proben im Laboratorium und allgemeiner Bestimmungen getroffen:[1])

1. Trockene Proben von Phosphaten oder sonstigen künstlichen Düngemitteln dürfen gesiebt und dann gemischt werden.
2. Bei feuchten Düngemitteln, bei welchen dieses nicht zu erreichen ist, hat sich die Vorbereitung auf eine sorgfältige Durchmischung zu beschränken.
3. Bei Ankunft der Proben ist das Gewicht derselben zu bestimmen. Die eine Hälfte der Probe wird zur Analyse vorbereitet, die andere bis zur Höhe von 1 kg in unvorbereitetem Zustande in dicht schliefsenden Gläsern in einem kühlen Raume ein Vierteljahr, vom Tage der Absendung des Untersuchungsergebnisses gerechnet, aufbewahrt, soweit nicht durch besondere Verträge mit den Lieferanten der betreffenden Düngemittel oder sonstige Bestimmungen etwas anderes festgesetzt ist.

[1]) Landw. Versuchs-Stationen 1890, 38, 303.

4. Bei Rohphosphaten und Knochenkohle soll zum Nachweis der Identität der Wassergehalt bei 105—110° C. bestimmt werden. Bei Proben, welche während des Trocknens Ammoniak in irgend welcher Form verlieren können, ist dieses aufserdem zu bestimmen.
5. Es ist dahin zu wirken, dafs, soweit es sich um die Feststellung des Gehaltes bei der Kontrolle handelt, den untersuchenden Chemikern nur sorgfältig entnommene, in dicht schliefsende Glasgefäfse verpackte Durchschnittsmuster von wenigstens 250—500 g übersendet werden.
6. Das Gewicht der eingesendeten Proben ist in den Untersuchungsattesten anzugeben.
7. Bei Substanzen, welche beim Pulvern ihren Wassergehalt ändern, mufs sowohl in der feinen wie in der groben Substanz der Wassergehalt bestimmt und das Resultat der Analyse auf den Wassergehalt der ursprünglich groben Substanz umgerechnet werden.
8. Die Phosphorsäure kann in den einzelnen Düngemitteln nach der Molybdänmethode oder nach der einfachen Zitratmethode bestimmt werden. Bei Schiedsanalysen ist nur die Molybdänmethode anzuwenden.

Wasserbestimmung.

Bei der Untersuchung eines Düngemittels wird zunächst der Wassergehalt festgestellt, indem man in ein bei 110° C. getrocknetes und gewogenes Wägegläschen ca. 5 g einwiegt und darauf Glas + Substanz bei 110° C. bis zur Gewichtskonstanz trocknet, worauf aus der Gewichtsdifferenz der Gehalt an Feuchtigkeit berechnet wird.

Einige Düngemittel, wie z. B. Peru-Guano, geben schon beim Erwärmen auf 110° aufser Wasser noch Ammoniakverbindungen ab. Die Bestimmung der Feuchtigkeit in derartigen Substanzen soll an den betreffenden Stellen besprochen werden.

1. Blutmehl, Ledermehl, Wolle, Wollstaub, Haare, Hornmehl, Fleischdüngemehl, Fischguano.

Feuchtigkeit.

ca. 5 g Substanz werden im Wägegläschen bei 110° C. im Trockenschranke bis zum konstanten Gewicht getrocknet.

Phosphorsäure.

5 g Substanz werden in 50 ccm Königswasser (bestehend aus 3 Teilen Salzsäure von 1,12 spezifischem Gewicht und 1 Teil Salpetersäure von 1,42 spezifischem Gewicht) gelöst oder mit 20 ccm Salpetersäure von 1,42 spezifischem Gewicht und 50 ccm Schwefelsäure von 1,84 spezifischem Gewicht $^1/_2$ Stunde lang gekocht. Nach dem Verdünnen mit heifsem Wasser kühlt man ab, füllt bis zur Marke auf, filtriert und bestimmt in 50 ccm des Filtrates die Phosphorsäure nach der Zitrat- oder Molybdänmethode (siehe S. 467).

Stickstoff.

Man verbrennt ca. 1 g Substanz nach Kjeldahl.

Bei diesen Düngemitteln ist oft die Substanz von nicht gleichartiger Beschaffenheit, da sie aus gröberen und feineren, leichteren oder schwereren Bestandteilen besteht, so dafs in vielen Fällen eine derartig kleine Menge, wie sie zur Stickstoffbestimmung benutzt wird, keinen guten Durchschnitt geben kann. In diesem Falle wägt man 3—5 g ab, schliefst dieselben mit 50—60 ccm Schwefelsäure unter Zusatz von 2—3 g Quecksilber auf, läfst erkalten und bringt die Flüssigkeit verlustlos in einen 500 ccm-Kolben. Hierauf kühlt man abermals ab, füllt zur Marke auf und pipettiert nach kräftigem Umschütteln 100 ccm ab. Diese 100 ccm bringt man in einen Destillationskolben und destilliert in bekannter Weise.

Asche und Sand.

5 g Substanz werden in einem gewogenen Platintiegel verascht und der Rückstand gewogen. Die Asche wird in einen Erlenmeyer-Kolben gespült und in demselben mit Salz- oder Salpetersäure $^1/_2$ Stunde lang gekocht. Hierauf verdünnt man die Lösung und filtriert nach dem Erkalten durch ein aschenfreies Filter. Der aus Sand und Ton bestehende Rückstand wird gut ausgewaschen, bis das Filtrat neutral reagiert, worauf man dann das Filter im gewogenen Platintiegel verbrennt und nach dem Erkalten wiegt.

2. Knochenmehl.

a) Rohes und gedämpftes Knochenmehl.

Feuchtigkeit.

Man trocknet in der üblichen Weise 5 g Substanz bei 105—110° C. im Trockenschrank bis zu konstantem Gewicht.

Phosphorsäure.

Man wägt 10 g Substanz ab und schliefst in genau derselben Weise auf, wie bei Blutmehl-Fischguano angegeben. Die weitere Behandlung erfolgt in der unter demselben Absatz beschriebenen Weise.

Stickstoff.

Zur Bestimmung des Stickstoffes wird 1 g Substanz nach Kjeldahl verbrannt.

Asche, Glührückstand resp. organische Substanz, Sand und Reinheit.

Um sich zu vergewissern, ob ein Knochenmehl aus reinen Knochen hergestellt ist, werden folgende Bestimmungen ausgeführt:

5 g Substanz werden im Platintiegel langsam verascht und das Gewicht der Asche nach dem Erkalten festgestellt. Hierauf feuchtet man die Asche stark mit Ammoniumkarbonat an, trocknet bei 160—180° C. und wägt wieder. Letzteres Gewicht wird als *Glührückstand* bezeichnet.

Den Glührückstand bringt man in einen Erlenmeyer-Kolben und kocht ihn mit 20 ccm Salpetersäure und etwas Wasser $^1/_2$ Stunde lang, bis alles Lösliche gelöst ist. Hierauf filtriert man durch ein quantitatives Filter, wäscht ordentlich aus, verbrennt das Filter im gewogenen Platintiegel und wägt nach dem Erkalten wieder. Die so gefundene Menge Rückstand wird als Sand auf Prozente Substanz umgerechnet. Der höchste

zulässige Sandgehalt beträgt 9 Prozent. Sollte mehr vorhanden sein, so ist absichtlich zugesetzt worden.

Die Differenz Glührückstand — Sand ergibt die *Knochenerde.*

Aus der Differenz 100 — (Wasser + Sand + Knochenerde) erhält man die Menge der organischen Substanz.

Haut und hornartige Stoffe.

10 g Substanz werden in einem 100—200 ccm fassenden Zylinder mit ca. 100 ccm Chloroform tüchtig durchgeschüttelt, dann bis nahe an den Rand mit Chloroform nachgefüllt, nochmals gut durchgeschüttelt und darauf ruhig hingestellt. Nach kurzer Zeit kann man das auf dem Chloroform schwimmende Hornmehl mit einem kleinen Löffel leicht abnehmen. Hierauf wird nochmals umgeschüttelt und wiederum abgeschöpft. Das abgeschöpfte Hornmehl bringt man auf ein gewogenes Filter, wäscht mit Äther aus, trocknet bei 90—100° C. und wägt, worauf man es auf Prozente Substanz umrechnet.

Feinheit.

Bei der Beurteilung der Qualität des Knochenmehles ist der Feinheitsgrad desselben zu berücksichtigen. Je feiner ein Knochenmehl ist, um so schneller wirkt es. Man bestimmt den Feinheitsgrad, indem man 100 g des Mehles durch 3 Siebe gehen läſst. Hierzu benutzt man folgende Siebe:

No. 1.	1 qcm	= 1089	Maschen	Amandus Kahl.
„ 2.	1 „	= 484	„	
„ 3.	1 „	= 256	„	

Den auf Sieb 3 verbleibenden Rest bezeichnet man mit Mehl No. 4.

b) Aufgeschlossenes Knochenmehl.

Feuchtigkeit.

10 g Substanz werden im Trockenschrank bei 100° C. 3 Stunden lang getrocknet.

Wasserlösliche Phosphorsäure.

Über die Bestimmung der wasserlöslichen Phosphorsäure siehe unter Superphosphat.

Gesamt-Phosphorsäure.

Die Bestimmung der Gesamt-Phosphorsäure erfolgt wie unter a angegeben.

Stickstoff.

1 g Substanz wird nach Kjeldahl verbrannt.

3. Roher Peruguano.

Feuchtigkeit.

Wie schon oben bemerkt, verliert der Peruguano beim Erwärmen auf 100° C. einen Teil des Ammoniaks. Durch ein gewöhnliches Trocknen würde also eine zu hohe Zahl für die Feuchtigkeit gefunden werden. Aus diesem Grunde mufs das entweichende Ammoniak aufgefangen und sein Gewicht von dem Gesamtgewichtsverlust abgezogen werden, um den wirklichen Feuchtigkeitsgehalt zu ermitteln.

Man wägt ca. 2 g Substanz in einem ausgeglühten Porzellanschiffchen ab und bringt das Schiffchen in ein weites Glasrohr. Das Glasrohr liegt in einem Lufttrockenschranke so, dafs beide Enden aus den Seitenwandungen des Schrankes herausragen. Das eine Ende des Glasrohres verbindet man mit einem mit Chlorkalzium gefüllten Röhrchen und das andere mit einem Will-Varrentrapp'schen Absorptionsapparat, in welchem sich 100 ccm titrierte Schwefelsäure befinden. Nun saugt man vermittelst eines Aspirators einen trockenen ammoniakfreien Luftstrom durch den Apparat und erhitzt den Trockenschrank auf 110° C. Nach einer Stunde wird der Apparat auseinandergenommen und das Schiffchen nach dem Erkalten gewogen. Die in dem Kugelapparat befindliche Schwefelsäure bringt man in eine Porzellanschale, titriert die nicht verbrauchte Schwefelsäure zurück und berechnet aus der Differenz das Gewicht des von der Schwefelsäure

absorbierten Ammoniaks. Das Gewicht des letzteren bringt man von dem Gewichtsverlust des Schiffchens in Abzug und erfährt so die wirkliche Feuchtigkeitsmenge.

Stickstoff.

a) *Gesamtstickstoff.* 1,0—1,5 g Substanz werden nach Kjeldahl-Jodlbaur verbrannt.

b) *Ammoniakstickstoff.* 10 g fein zerriebener Guano werden zu einem Liter gelöst und filtriert. Der als freies Ammoniak oder in Form von Ammonsalzen vorhandene Stickstoff wird in 100 oder 200 ccm des Filtrates durch Destillation mit gebrannter Magnesia in bekannter Weise bestimmt.

c) *Salpetersäurestickstoff.* Um den in Form von Salpetersäure vorhandenen Stickstoff zu bestimmen, bringt man 50 ccm (= 1 g Substanz) des bei der Bestimmung der wasserlöslichen Phosphorsäure (siehe daselbst) erhaltenen wässrigen Auszuges in einen Destillationskolben. Hierauf fügt man ca. 120 ccm Wasser, 5 g Eisenpulver und ca. 5 g ausgewaschenen (Nfreien) Zinkstaub, ferner 80 ccm Natronlauge von 32° Bé. hinzu und destilliert in bekannter Weise nach 1—2stündigem Stehen.

Nach dieser Methode findet man die Gesamtmenge an Salpeter- + Ammoniakstickstoff. Um die Menge des Salpetersäurestickstoffes zu bestimmen, zieht man von dem Resultat die Menge des vorher bestimmten Ammoniakstickstoffes ab.

d) *Organischer Stickstoff.* Den organischen Stickstoff berechnet man, indem man von der Menge des Gesamtstickstoffes die Summe von Salpetersäure- und Ammoniakstickstoff abzieht.

Phosphorsäure.

Die Phosphorsäure ist im rohen Peruguano in 3 Formen und zwar als wasserlösliche, zitratlösliche und unlösliche Phosphorsäure enthalten.

a) *Wasserlösliche Phosphorsäure.* Die Bestimmung derselben erfolgt in der bei den Superphosphaten angegebenen Weise (S. 467).

b) *Zitratlösliche Phosphorsäure.* Hierzu verfährt man nach der Petermann'schen, S. 469 angegebenen Methode.

c) *Gesamtphosphorsäure.* Zur Ermittelung der Gesamtphosphorsäure bringt man 5 g Guano in ein 250 ccm-Kölbchen, fügt 20—25 ccm Salpetersäure und 2—3 ccm Salzsäure hinzu, erwärmt 2 Stunden auf dem Wasserbade, füllt nach dem Erkalten zur Marke auf, mischt und filtriert.

50 ccm des Filtrates werden zuerst ammoniakalisch, dann salpetersauer gemacht und darauf die Phosphorsäure vermittelst der Molybdänmethode bestimmt.

Kali.

10 g Substanz werden verascht, in Salzsäure gelöst und zu 500 ccm aufgefüllt. Nach dem Filtrieren bestimmt man in 100 ccm des Filtrates das Kali nach der auf S. 470 angegebenen Methode.

Asche.

Zur Bestimmung der Asche werden 5 g in einer Platinschale bei möglichst gelinder Hitze verascht.

Da unter dem Namen „Peruguano" öfters Düngemittel in den Handel kommen, welche aus Mischungen von Superphosphat, Ammoniumsulfat, Chilisalpeter usw. bestehen, so ist man oft gezwungen, die Echtheit eines als Peruguano in den Handel gebrachten Düngemittels festzustellen. Zu diesem Zwecke bestimmt man die Menge der Oxalsäure, da der echte Guano mit steigendem Stickstoff auch steigende — bis 18 Prozent — Mengen Oxalsäure enthält.

Gesamtoxalsäure.

5 g Substanz werden in einem 500 ccm-Kolben mit 20 g Natriumkarbonat und 20 ccm Wasser gekocht, nach dem Erkalten zur Marke aufgefüllt und filtriert. 50 oder 100 ccm des Filtrates werden mit Essigsäure schwach angesäuert und die Oxalsäure kochend mit essigsaurer Kalklösung gefällt. Die Behandlung des aus oxalsaurem Kalk bestehenden Niederschlages erfolgt in bekannter Weise.

Harnsäure.

Zum weiteren Nachweise der Echtheit des Peruguanos dient die Prüfung auf Harnsäure. Um qualitativ auf Harnsäure zu prüfen, über-

giefst man eine kleine Menge des Guanos mit etwas verdünnter Salpetersäure und verdampft vorsichtig zur Trockne. Ist Harnsäure gegenwärtig, so resultiert ein gelber oder gelbroter Rückstand, welcher durch eine Spur Ammoniak schön purpurrot wird (Murexidreaktion). Fügt man Kali- oder Natronlauge hinzu, so färbt sich der Rückstand rötlich-blau.

4. Guanophosphate, wie Baker-, Mejillones-, Jarrisguano usw.

Stickstoff,
Unlösliche Phosphorsäure, } Bestimmung wie bei rohem Guano.
Asche und Sand, wie bei 1 angegeben.

5. Knochenkohle.

Die aus den Zuckerfabriken stammende unbrauchbar gewordene Knochenkohle wird entweder als solche in fein gemahlenem Zustande als Düngemittel verbraucht oder auch aufgeschlossen als sogenanntes Knochenkohle-Superphosphat verwendet.

Natürlich steigt der Wert des Düngemittels mit dem Gehalt des eigentlich wirksamsten Körpers, der Phosphorsäure.

Feuchtigkeit.

10 g werden im Trockenschranke in üblicher Weise 2—3 Stunden bei 140° C. getrocknet. Gleichzeitig trocknet man ein weiteres gröfseres Quantum und verwendet dieses zur Bestimmung der

Phosphorsäure.

Zur Bestimmung der Phosphorsäure werden 5 g Substanz in derselben Weise, wie bei 3. Phosphorsäure unter c angegeben, behandelt.

Unlösliches.

5 g Substanz werden in 20 ccm Königswasser gelöst, $^1/_2$ Stunde gekocht und nach dem Verdünnen mit Wasser durch ein quantitatives Filter filtriert. Nachdem man bis zum Verschwinden der Chlorreaktion mit heifsem Wasser ausgewaschen hat, verbrennt man das Filter im Platintiegel, glüht und wägt.

---

6. Mineralphosphate.

a) Thomasmehl.

Sind in dem Thomasmehl gröbere Stücke vorhanden, so siebt man letztere durch ein 2 mm-Sieb ab, wobei man die auf dem Siebe zurückbleibenden zusammengeballten Teile auf dem Siebe zerdrückt. Die Phosphorsäure selbst wird in dem durch das Sieb gegangenen Anteile bestimmt und das Ergebnis unter Berücksichtigung der groben Teile berechnet.

Phosphorsäure.

a) *Gesamt-Phosphorsäure.* Die Aufschliefsung des Thomasmehles zwecks Bestimmung der Gesamtphosphorsäure erfolgt nach Loges mit konzentrierter Schwefelsäure.

10 g Substanz werden in einem 500 ccm-Kolben mit wenig Wasser befeuchtet und nach dem Umschütteln mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure (1 : 1) versetzt. Damit sich nichts am Boden festsetzt, schüttelt man die sich bildende breiige Masse kräftig um. Zu der ziemlich fest gewordenen Masse fügt man nun langsam 50 ccm konzentrierte Schwefelsäure hinzu, schüttelt gut um und erhitzt unter häufigem Umschütteln $^1/_4$—$^1/_2$ Stunde auf dem Drahtnetz, bis sich weifse Dämpfe entwickeln und ein dünner gleichmäfsiger Brei entstanden ist. Ist die Masse beinahe abgekühlt, so verdünnt man vorsichtig mit Wasser, schwenkt gut um, füllt zur Marke auf, nachdem abgekühlt wurde, und filtriert durch ein doppeltes Faltenfilter.

Die Phosphorsäure kann nun entweder nach der Zitrat- oder auch nach der Molybdänmethode bestimmt werden.

Nach der Zitratmethode versetzt man 50 ccm = 1 g Substanz mit 100 ccm gewöhnlicher Zitratlösung, gibt nach dem Abkühlen 25 ccm Magnesiamixtur hinzu, schüttelt $^1/_2$ Stunde, filtriert und behandelt den Niederschlag in bekannter Weise.

Bei Anwendung der Molybdänmethode fügt man zu 50 ccm des Filtrates 100 ccm Molybdänlösung hinzu und bestimmt die Phosphorsäure in gewöhnlicher Weise.

b) *Zitronensäurelösliche Phosphorsäure.* Die Thomasmehle werden jetzt fast ausschliefslich nach ihrem Gehalt an zitronensäurelöslicher Phosphorsäure verkauft und richtet sich der Preis derselben nach dem Gehalte letzterer. Die Bestimmung der zitronensäurelöslichen Phosphorsäure erfolgt nach der von Wagner ausgearbeiteten Methode[1]) folgendermafsen:

5 g Thomasmehl bringt man in eine Halbliterflasche, in welche man zuvor 5 ccm Alkohol gegossen hat, und füllt mit verdünnter 2 prozentiger Zitronensäurelösung, deren Temperatur 17,5 ° C. beträgt, bis zur Marke auf. Die Flasche wird mit einem Kautschukstopfen verschlossen und ohne Verzug in einen Rotierapparat gebracht, der sich 30—40 mal in der Minute um seine Achse dreht. Die Mischung wird dann sofort filtriert.

50 ccm des Filtrates werden in ein Becherglas gebracht und mit 80—100 ccm Molybdänlösung versetzt. Die Mischung wird durch Einstellen in ein Wasserbad auf 60—70 ° C. erwärmt und bei Zimmertemperatur erkalten gelassen. Hierauf wird filtriert und der gelbe Niederschlag in genau derselben Weise behandelt, wie bei der Bestimmung der „zitratlöslichen Phosphorsäure“. Ebenso müssen alle übrigen die Ausführung der früheren Methode betreffenden Verhältnisse genau beibehalten werden.

Über die Herstellung der Zitronensäurelösung siehe Anhang.

Kalk.

Die Bestimmung des Gesamtkalkes im Thomasmehl wird nach der von Hollemann[2]) angegebenen Methode ausgeführt.

50 ccm = 1 g Substanz einer salzsauren Lösung werden bis auf ein kleines Volumen eingedampft und unter Umrühren mit 20 ccm einer neutralen Lösung von Ammoniumoxalat (1 : 3) versetzt. Hierauf digeriert man

[1]) Wagner, Bewertung der Thomasmehle nach ihrem Gehalt an löslicher Phosphorsäure. 1899.

[2]) Chem. Ztg. 1892, 1471.

so lange auf dem Wasserbade, bis der Niederschlag rein weifs ist und keine Klümpchen mehr zu bemerken sind. Es ist dies meistens nach 10 Minuten erreicht. Nun filtriert man und wäscht mit heifsem Wasser aus, bis man im Filtrat keine Oxalsäure mehr nachweisen kann. Ist dies der Fall, so löst man den oxalsauren Kalk in möglichst wenig konzentrierter Salzsäure auf, engt die Lösung auf ca. 25 ccm ein, fügt 10 ccm Schwefelsäure (1 : 3) und 150 ccm 96prozentigen Alkohol zu. Nach 3 Stunden wird filtriert und der Niederschlag bis zum Verschwinden der Säurereaktion (Methylorange!) mit Alkohol ausgewaschen. Hierauf glüht man im gewogenen Platintiegel und wägt den Kalk als Kalziumsulfat.

Den stets im Thomasmehl vorhandenen Ätzkalk bestimmt man folgendermafsen: 2 g Substanz werden in einem 300 ccm fassenden Kolben mit 200 ccm 10prozentiger Zuckerlösung geschüttelt. Darauf wird zur Marke aufgefüllt, filtriert und in einem aliquoten Teil des Filtrates der Kalk als oxalsaurer Kalk bestimmt.

Kieselsäure und Sand.

Man digeriert 5 g Thomasmehl auf dem Wasserbade mit 20—25 ccm konzentrierter Salzsäure, dampft zur Trockne ein und trocknet, um die Kieselsäure abzuscheiden, bei 120—130° C. im Trockenschrank. Hierauf nimmt man mit salzsäurehaltigem Wasser wieder auf, filtriert, wäscht mit heifsem Wasser aus und verbrennt das Filter im gewogenen Platintiegel. Das nach dem Glühen und Wägen erhaltene Mehrgewicht ergibt die Menge der in dem Thomasmehle befindlichen Kieselsäure plus Sand an.

Feinmehlgehalt.

Da die Thomasmehle im Boden nur dann aufgeschlossen werden, wenn sie sehr fein gemahlen sind, so ist nicht nur der Phosphorsäuregehalt, sondern auch der Gehalt an Feinmehl wertbestimmend. Derselbe wird wie folgt ermittelt:

50 g Phosphat werden in einem Sieb, dessen Siebfläche nicht unter 20 cm Durchmesser hat und aus einem Drahtgewebe No. 100 von Amandus Kahl-Hamburg (glattes Gewebe) hergestellt ist, 15 Minuten lang mit der Hand oder mit einem geeigneten Schüttelwerk geschüttelt. Der Rückstand auf dem Sieb wird gewogen. Sein Gewicht von 50 abgezogen gibt den Feinmehlgehalt in Gramm an.

b) Phosphorite, Apatite, Koprolithe, Osteolithe usw.

Feuchtigkeit.

10 g Substanz werden bei 105—110° in bekannter Weise getrocknet.

Phosphorsäure.

10 g der möglichst fein zerriebenen Substanz werden in einem 500 ccm-Kolben mit ca. 50 ccm Königswasser $^1/_2$ Stunde lang gekocht, nach dem Erkalten wird zur Marke aufgefüllt. Von der Lösung dampft man 100 ccm in einer Porzellanschale zur Trockne, nimmt den Rückstand mit salpetersäurehaltigem heifsen Wasser auf, spült die Lösung in einen 200 ccm-Kolben, füllt nach dem Erkalten auf und filtriert in einen trockenen Kolben. Vom Filtrat verwendet man 50 ccm = 0,5 g Substanz zur Bestimmung, welche entweder nach der Molybdän- oder auch nach der Zitratmethode erfolgen kann.

c) Präzipitierte Phosphate.

Der Wert der Präzipitate richtet sich nach ihrem Gehalt an Gesamtphosphorsäure und zitratlöslicher Phosphorsäure.

Gesamtphosphorsäure.

Die Bestimmung der Gesamtphosphorsäure erfolgt, wie bei der Knochenkohle angegeben wurde.

Zitratlösliche Phosphorsäure.

Die zitratlösliche Phosphorsäure erfolgt bei Anwendung von 1 g Substanz nach der Petermann'schen Vorschrift.

7. Superphosphate.

Feuchtigkeit.

Zur Bestimmung der Feuchtigkeit werden 10 g Superphosphat drei Stunden lang im Trockenschrank bei 100° C. getrocknet. Der Gewichtsverlust wird als Feuchtigkeitsgehalt in Prozenten berechnet.

Phosphorsäure.

a) *Wasserlösliche Phosphorsäure.* 20 g Substanz werden in einem Literkolben mit ca. 800 ccm Wasser übergossen. Nachdem der Kolben gut verkorkt ist, wird $^1/_2$ Stunde lang kräftig geschüttelt.

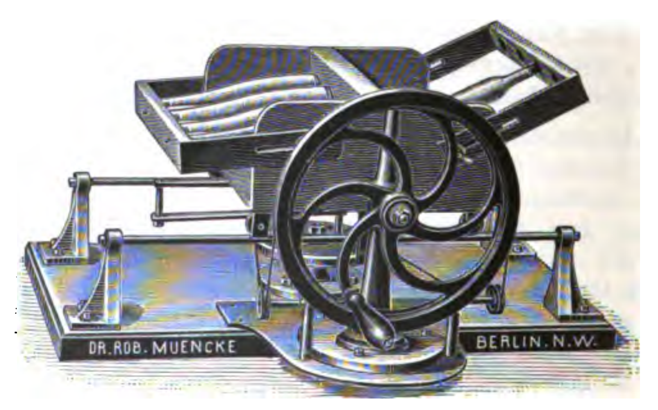


Fig. 110. Schüttelmaschine.

Zu diesem Schütteln bedient man sich mechanischer Schüttel- oder Rotierapparate, welche entweder mit der Hand oder, wie es wohl jetzt meistens geschieht, durch einen Motor bewegt werden. Als Norm für die Tourenzahl werden 150 Touren oder für die Rotierapparate 30—40 Umdrehungen in der Minute empfohlen.

In der Fig. 110 ist ein empfehlenswerter Apparat für diese Zwecke abgebildet.

Nach dem Schütteln füllt man bis zur Marke auf, filtriert in einen trockenen Kolben und nimmt vom Filtrat zur Bestimmung der Phosphorsäure nach der Molybdän- oder Zitratmethode 25 oder 50 ccm, je nachdem ein Superphosphat mit hohem oder geringem Phosphorsäuregehalt vorliegt.

Hier empfiehlt sich sehr die Anwendung der Zitratmethode, weil dieselbe schnell ausführbar ist und sichere Zahlen liefert.

Die sogenannten Doppelsuperphosphate enthalten zuweilen nicht unbedeutende Mengen von Pyrophosphat, welche nicht mit gefällt werden. Man führt die Phosphorsäurebestimmung hier aus, indem man 25 ccm des durch Schütteln erhaltenen wässerigen Auszuges mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit 10 ccm rauchender Salpetersäure 1 Stunde lang auf dem Sandbade erhitzt. Nach dem Erkalten übersättigt man die Lösung mit Ammoniak, säuert wieder mit einigen Tropfen Salpetersäure an und fällt nun entweder mit Molybdän- oder Zitratlösung.

b) *Zitratlösliche Phosphorsäure.* In den Superphosphaten ist meist in nur geringen Mengen zitratlösliche Phosphorsäure enthalten. Zur Bestimmung derselben werden 5 g Substanz verwendet und nach dem Petermann'schen Verfahren gearbeitet.

Der Gehalt an zitratlöslicher Phosphorsäure nach Petermann ist in Superphosphaten gesondert zu ermitteln und mitzuteilen und nicht die Summe von wasserlöslicher und zitratlöslicher Phosphorsäure als zitratlöslich zu bezeichnen.

c) *Gesamt-Phosphorsäure.* 20 g Superphosphat werden in einem Erlenmeyer-Kolben mit 50 ccm Wasser und 25 ccm 30 prozentiger Salpetersäure eine Viertelstunde lang gekocht, um die unlösliche Phosphorsäure aufzuschliefsen. Die Lösung wird nach dem Erkalten verlustlos in einen Literkolben gebracht, zur Marke aufgefüllt, gemischt und filtriert. Von dem Filtrate werden 50 ccm = 1 g Substanz entweder nach der Molybdän- oder nach der Zitratmethode bestimmt.

---

8. Scheideschlamm.

Feuchtigkeit.

10 g Substanz werden zur Bestimmung der Feuchtigkeit getrocknet. Gleichzeitig hiermit trocknet man 200 g Schlamm und verwendet den Trockenrückstand zur Analyse.

Phosphorsäure.

5 g des Trockenrückstandes werden schwach geglüht, bis der Rückstand weifs ist. Hierauf bringt man letzteren in ein Becherglas, spült

die im Tiegel verbleibenden Anteile mit Salpetersäure nach und löst alles durch langsamen Zusatz von Salpetersäure. In dieser Lösung bestimmt man die Phosphorsäure nach der Molybdän- oder nach der Zitratmethode.

Stickstoff.

Zur Stickstoffbestimmung werden 5 g des Trockenrückstandes nach Kjeldahl verbrannt.

Kali.

25 g Trockenrückstand werden mit möglichst wenig Wasser in einen 250 ccm-Kolben gespült und durch allmählichen Zusatz von Salzsäure unter Erwärmen gelöst. Hierauf läſst man erkalten, füllt zur Marke auf, mischt und filtriert. Von dem Filtrate erhitzt man 100 ccm = 10 g, setzt zuerst Ammoniak, darauf Ammoniumkarbonat hinzu und fällt den Kalk durch Ammoniumoxalat. Durch diese Behandlung werden die Erden und der Kalk entfernt. Den so erhaltenen Niederschlag filtriert man ab, wäscht ihn aus und verdampft Filtrat und Waschwässer in einer Porzellanschale bis fast zur Trockne. Hierauf bringt man die konzentrierte Lösung in eine Platinschale, dampft zur Trockne ein und vertreibt die Ammonsalze durch gelindes Glühen. Der Glührückstand wird mit heissem Wasser aufgenommen, filtriert und der auf dem Filter verbleibende Rückstand gut mit heiſsem Wasser ausgewaschen. In dem eingeengten Filtrat bestimmt man das Kali in der früher beschriebenen Weise durch Fällung mit Platinchlorid.

Kohlensaurer Kalk.

Die Bestimmung des kohlensauren Kalkes geschieht mit dem Geiſsler'schen Apparat oder mit dem Kalzimeter (siehe S. 318 u. 323).

Berechnung.

Die Resultate der Analyse der Trockensubstanz werden auf nassen Schlamm umgerechnet.



Sind z. B. gefunden worden

$$\begin{array}{rl} 43{,}6\ \% & \text{Feuchtigkeit,} \\ 56{,}4\ \text{„} & \text{Trockenrückstand,} \\ \hline 100{,}0\ \%, & \end{array}$$

und enthält der Trockenrückstand z. B. 0,3 Prozent Stickstoff, so erhält man nach dem Ansatze:

$$100 : 0{,}3 = 56{,}4 : x;$$

$x = 0{,}169\ \%$ Stickstoff in 100 Teilen frischem Schlamm.

Auf dieselbe Weise werden auch die übrigen Resultate berechnet.

9. Ammonsulfat.

Feuchtigkeit.

5—10 g werden im Trockenschrank in bekannter Weise bei 110° C. bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Da das Ammoniumsulfat erst bei 140° schmilzt und sich bei ca. 280° C. zersetzt, so findet kein Gewichtsverlust durch Verflüchtigung des Ammoniakes statt.

Stickstoff.

Zur Stickstoffbestimmung löst man 10 g Substanz zu 1 l, verdünnt von dieser Lösung 100 ccm mit 50 ccm Wasser, fügt 5—7 g Kalihydrat, ferner eine Messerspitze voll Zinkstaub hinzu und destilliert in gewöhnlicher Weise.

Anstatt des Kalihydrates kann man auch kohlensäurefreie Magnesia usta verwenden. Man arbeitet dann folgendermaſsen: 25 ccm der Lösung = $^1/_2$ g Substanz werden in einen Destillationskolben gespült, 3 g kohlensäurefreie Magnesia usta und 150 ccm Wasser hinzugefügt und darauf in bekannter Weise destilliert.

10. Salpeter.

a) Chili- oder Natronsalpeter.

Feuchtigkeit.

Um im Chilisalpeter die Feuchtigkeit zu bestimmen, werden 5 g Substanz in fein pulverisiertem Zustande in einem Platintiegel mit kleiner Flamme so lange vorsichtig erhitzt, bis der Salpeter schmilzt. Hierauf läfst man im Exsikkator erkalten und wägt. Dieses Verfahren wiederholt man so lange, bis Gewichtskonstanz erreicht ist.

Sand.

20 g Substanz werden in heifsem Wasser gelöst und über ein quantitatives Filter filtriert. Das Filtrat und die Waschwässer fängt man in einem Literkolben auf. Das Filter wird im gewogenen Platintiegel völlig verascht und der Rückstand gewogen.

Das im Literkolben aufgefangene Filtrat wird nach dem Abkühlen zur Marke aufgefüllt und zu den weiteren Bestimmungen benutzt.

Schwefelsäure.

In 50 ccm der Lösung wird die Schwefelsäure durch Fällung mit Chlorbaryum bestimmt.

Chlor.

Das Chlor wird in 50 ccm der Lösung durch Titration mit $^{1}/_{10}$ Normal-Silberlösung ermittelt.

Perchlorat.

Die Bestimmung des Perchlorates geschieht nach Blattner und Brasseur[1]) am besten folgendermafsen: Man mischt 5 oder 10 g ge-

[1]) Chem. Ztg. 1898, 22, 589.

trockneten und fein pulverisierten Salpeter mit 8 resp. 15 g reinem gebrannten Kalk, Kalkhydrat oder Kalziumkarbonat und erhitzt in einem geräumigen Platin- oder Porzellantiegel ca. 15 Minuten lang über einem Bunsen-Brenner. Ist die Masse erkaltet, so löst man sie in Salpetersäure und bestimmt das Gesamtchlor in bekannter Weise. Von dem erhaltenen Resultat zieht man das als Chlorid ermittelte Chlor ab und berechnet die Differenz auf Perchlorat.

Stickstoff.

Die Stickstoffbestimmung erfolgt nach Kjeldahl-Jodlbaur oder nach Ulsch.

b) Kalisalpeter.

Feuchtigkeit, sowie *Verunreinigungen* werden wie unter a angegeben bestimmt.

Stickstoff.

Stickstoffbestimmung wie oben angegeben.

Kali.

Von der fein zerriebenen Substanz werden 10 g in 500 ccm gelöst. Von dieser wässerigen Lösung werden 50 ccm unter Zusatz von Salzsäure wiederholt zur Trockne eingedampft, um das salpetersaure Kali in Chlorid überzuführen. Den Rückstand nimmt man mit wenig Wasser auf, entfernt die Schwefelsäure durch Zusatz von Chlorbaryum und fällt im Filtrat das Kali als Kaliumplatinchlorid in der oben angegebenen Weise.

11. Kalisalze.

Feuchtigkeit.

Von der fein geriebenen Substanz werden 5 g in einem bedeckten Platintiegel einige Zeit vorsichtig über kleiner Flamme erhitzt und 10 Minuten lang schwach geglüht. Nach Erreichung der Gewichtskonstanz berechnet man aus dem Gewichtsverlust die Feuchtigkeit.

Kali.

10 g der durch ein 1 mm-Sieb abgesiebten Substanz werden mit 400 ccm Wasser $^1/_4$ Stunde lang gekocht und nach dem Abkühlen auf 500 ccm aufgefüllt. In 100 ccm dieser Lösung fällt man heifs die Schwefelsäure durch Chlorbaryum, behandelt darauf in bekannter Weise weiter mit Ammoniak und Ammoniumkarbonat und bestimmt darauf das Kali als Kaliumplatinchlorid.

In den Kalisalzen, welche neben Chloriden nur wenig schwefelsaure Salze enthalten, wie Kainit und Chlorkaliumsalze, kann das Kali nach der abgekürzten Methode bestimmt werden.

---

12. Düngergemische.

(Ammoniak-Superphosphate, Salpeter-Superphosphate, Kali-Superphosphate, Kali-Ammoniak-Superphosphate.)

Phosphorsäure.

Die Gesamtphosphorsäure, sowie die lösliche und zitratlösliche Phosphorsäure werden wie bei den Superphosphaten bestimmt.

Kali.

10 g fein zerriebene Substanz werden mit 400 ccm Wasser $^1/_4$ Stunde lang ausgekocht, abgekühlt und zu 500 ccm aufgefüllt. In 100 ccm der

Lösung entfernt man die Schwefelsäure durch Chlorbaryum, behandelt dann mit Ammoniak und Ammoniumkarbonat und wägt das Kali als Kaliumplatinchlorid.

Gesamtstickstoff.

1,0—1,5 g Substanz werden nach Kjeldahl-Jodlbaur verbrannt.

Ammoniakstickstoff.

1 g Substanz wird im Destillationskolben in 150 ccm Wasser gelöst und das Ammoniak nach Zusatz von Natronlauge abdestilliert.

Salpetersäurestickstoff.

Der Salpetersäurestickstoff wird nach Schlössing-Grandeau-Wagner bestimmt.

Organischer Stickstoff.

Der organische Stickstoff berechnet sich aus der Differenz

Gesamtstickstoff — (Ammoniak- + Salpetersäurestickstoff) = organischer Stickstoff.

Futtermittel.

Melassefutter.

Zucker.

1. Zur Bestimmung des Zuckers im Melassefutter wägt man das Normalgewicht 26,048 resp. 26 g ab und bringt dasselbe verlustlos in einen 200 ccm-Kolben. Hierauf fügt man so lange Bleiessig hinzu, bis auf Zusatz eines weiteren Tropfens keine weitere neue Fällung entsteht. Darauf schwenkt man tüchtig um, läfst absitzen und füllt vorsichtig, ohne den Bodensatz aufzurühren, zur Marke auf.

Nach kräftigem Durchschütteln wird filtriert und im 200 mm-Rohr polarisiert. Das Resultat mit 2 multipliziert gibt dann direkt den Prozentgehalt an Zucker an.

Da die Melassefutter in ihren Teilen einen ungleichen Zuckergehalt aufweisen können, so ist es gut, auf eine sehr sorgfältige Probenahme zu achten. Hat man nur eine kleine Probe zur Verfügung, so ist es geraten. stets 2 polarimetrische Zuckerbestimmungen nebeneinander auszuführen.

2. Die von Müller-Hildesheim dem Verbande landwirtschaftlicher Versuchsstationen vorgeschlagene polarimetrische Zuckerbestimmung in Melassefutter wird folgendermafsen ausgeführt:[1])

25 g Melassefutter werden in einem Erlenmeyerkolben von ca. 300 ccm mit 250 ccm Wasser übergossen und öfters umgeschwenkt. Nach $^1/_4$ Stunde wird filtriert. Von dem Filtrat werden 100 ccm in einem Kölbchen mit einer Messerspitze von Tannin (0,015—0,020 g) versetzt; nach dem Durchschütteln hiermit werden zur völligen Klärung noch 10 ccm des üblichen Bleiessigs, 10 ccm einer 5prozentigen Alaunlösung und ein Messerspitzchen voll Tonerdehydrat zugemischt, filtriert und polarisiert.

Beträgt die Polarisation nach Ventzke-Scheibler 10,3°, so sind unter Berücksichtigung der Verdünnung $\frac{10,3}{5} = 2,06^0$ zu addieren.

---

[1]) Lunge, Chemisch-technische Unters. II, 456.

12,36° Drehung entsprechen bei der oben angegebenen Konzentration der Zuckerlösung

$$12{,}36 \,.\, 0{,}26048 = 3{,}22 \text{ g Zucker in 100 ccm.}$$

In 256,3 ccm, also in 25 g Torfmelasse

$$\frac{256{,}3 \,.\, 3{,}22}{100} = 8{,}25 \text{ g Zucker oder 33 Prozent.}$$

3. Nach Gonnermann[1]) gibt die meist angewendete Digestionsmethode (siehe oben) meist falsche Resultate, denn dieselbe nimmt keine Rücksicht auf die Verschiedenartigkeit des Melassefutters. Da je nach der Herstellungsmethode des Futters die Volumverhältnisse desselben verschieden sind, so müssen letztere berücksichtigt werden. Nach Gonnermann arbeitet man deshalb nach folgender Methode:

Von dem Ölsaat- und Trebermelassefutter werden direkt — die Melasseschnitzel werden zunächt feingerieben — 13,042 g auf ein Saugfilter mit Witt'scher Siebplatte gegeben und mit heifsem Wasser angefeuchtet; nach längerem Stehen wird die Wasserluftpumpe langsam angestellt und auf diese Weise das Futter mit Wasser völlig ausgelaugt; es wird Bleiessig zugefügt, bis 100 ccm mit Wasser aufgefüllt, filtriert, polarisiert und das Ergebnis verdoppelt.

4. In neuerer Zeit ist von Neubauer[2]) ein Verfahren zur Untersuchung der Melassefuttermittel ausgearbeitet worden, nach welchem der Melassegehalt mittelst des spezifischen Gewichtes eines wässerigen Auszuges des Futtermittels bestimmt wird. Neubauer kritisiert dabei auch die Polarisationsmethode folgendermafsen: „Der Zuckergehalt der Melasse wird technisch durch Polarisation bestimmt; es liegt also am nächsten, zu versuchen, ob dieser sehr einfache Weg nicht auch bei Mischfutterstoffen zum gewünschten Ziele führt. Die Polarisation würde aber nur dann ein zuverlässiges analytisches Hilfsmittel sein, wenn

1. das Drehungsvermögen aller Melassen gleich grofs ist.
2. die Aufsaugungsmaterialien keine wasserlöslichen Stoffe enthalten, deren Lösung den polarisierten Lichtstrahl ablenkt.
3. bei der Zubereitung des Mischfutters (Mischen mit sauer reagierenden Materialien, längeres Erhitzen) keine Änderung des Drehungsvermögens eintritt.

Die unter 1 und 2 genannten Voraussetzungen treffen zwar nicht immer zu, doch bilden die Abweichungen keine nennenswerte Fehlerquelle, da der Zuckergehalt bezw. das Drehungsvermögen der verschiedenen Melassen nur sehr wenig zu schwanken scheint und da, falls die Aufsaugungs-

[1]) Deutsche Zuckerindustrie 1899, 448.

[2]) Landw. Versuchs-Stationen LI, 1899, 421.

materialien selbst eine gewisse Drehung der Polarisationsebene bewirken, man diese voraussichtlich ziemlich konstante Gröfse an typischen Mustern ermitteln und bei Mischfutterstoffen immer berücksichtigen kann.

Anders verhält es sich mit der 3. Voraussetzung. Durch längere Berührung mit Stoffen, die freie organische Säuren enthalten, und in noch erhöhtem Mafse durch das Erhitzen mit denselben wird ein mehr oder weniger erheblicher Teil des Rohrzuckers der Melasse invertiert, wohl auch in weitere Umwandlungsprodukte übergeführt, von denen zwar anzunehmen ist, dafs ihnen annähernd derselbe Nährwert wie dem Rohrzucker zukommt, die sich jedoch dem polarisierten Lichte gegenüber ganz anders verhalten. Der Fehler durch gleichzeitig anwesenden Invertzucker wird um so fühlbarer, als derselbe noch teilweise die Drehung des intakt gebliebenen Rohrzuckers aufhebt.

Die Polarisation kann also wohl in vielen Fällen den Melassegehalt richtig angeben, ist aber bei einer Reihe von Mischfutterstoffen, vor allem bei Gemischen von Melasse mit getrockneten Rübenschnitzeln, Schlempen, Trebern, auch gewissen Sorten von Torf, ein sehr unzuverlässiges analytisches Hilfsmittel, und man ist deshalb gezwungen, sich nach einem besseren umzusehen.

Ein bequemes Mittel, die Melassemenge in dem wässerigen Auszug zu bestimmen, würde die Feststellung seines spezifischen Gewichts sein, unter der Voraussetzung, dafs alle auf denselben Verdünnungsgrad gebrachten Melasselösungen dasselbe oder wenigstens annähernd dasselbe spezifische Gewicht besitzen, dafs sich also für das spezifische Gewicht der Melassetrockensubstanz immer annähernd dieselbe Zahl ergibt. Neubauer stellte diesbezügliche Versuche an und fand, dafs das spezifische Gewicht der Trockensubstanz verschiedener Melassen sehr gut übereinstimmt und einen mittleren Wert von 1,69 besitzt.

Neubauer bedient sich nun folgender Formel, um den Gehalt eines Melassemischfutters an Melassetrockensubstanz zu bestimmen:

$$Mx = M \cdot \frac{w(s-1) - aT}{M(1-T) - S}.$$

Hierin bedeuten:

M das spezifische Gewicht der Melassetrockensubstanz = 1,69;
T das Gewicht der in 1 g des Aufsaugungsmateriales enthaltenen wasserlöslichen Stoffe (ausgedrückt in Gramm), unter gewissen Voraussetzungen aus dem spezifischen Gewicht ihrer Lösung berechnet;
a die zur Untersuchung verwandte Gewichtsmenge Trockensubstanz des Melassemischfutters;
w das Gewicht der in einer Melasselösung enthaltenen Wassermenge;
s das spezifische Gewicht des aus einem Melassemischfutter hergestellten wässerigen Auszuges bei 15° C.;



x das gesuchte Volumen der in einem Mischfutter enthaltenen Melassetrockensubstanz in ccm, also Mx das gesuchte Gewicht der Melassetrockensubstanz in Gramm.

M und T sind Mittelwerte, die aus einer gröfseren Anzahl von Bestimmungen abgeleitet werden müssen; die Gröfsen w, s und a sind bei jeder einzelnen Untersuchung direckt zu bestimmen.

Neubauer ermittelte die Werte von T für verschiedene Aufsaugungsmaterialien und sind dieselben in folgender Tabelle zugleich mit dem Produkt $M\ (1 - T)$ zusammengestellt.

Aufsaugungsmaterial:	T Mittelwerte	$M . (1 - T)$ auf 4 Dezimalen verkürzt
Getrocknete Diffusionsschnitzel . . .	0,046	1,6123
Maiskeimkuchen.	0,031	1,6376
Palmkernkuchen und -schrot	0,039	1,6241
Torf	0,008	1,6765
Hirseschalen	0,024	1,6494
Getrocknete Biertreber	0,025	1,6478
" Brennereitreber	0,022	1,6528
" Malzkeime	0.151	1,4348
Erdnufsschalen	0,0256	1,6467

Die Bestimmung des Melassegehaltes eines Mischfutters gestaltet sich also sehr einfach, vorausgesetzt, dafs aufser der Gröfse M noch für jedes Aufsaugungsmaterial die zugehörige Gröfse T bekannt ist.

Beispiel. Zu ermitteln der Melassegehalt einer Probe Melassetrockenschnitzel.

Zur Bestimmung der Feuchtigkeit werden 3 g bei ca. 100° bis zum konstanten Gewicht getrocknet. Endergebnis 7,86 Prozent Wasser, entsprechend 92,14 Prozent Trockensubstanz.

In ein tariertes, ca. 200 ccm fassendes Erlenmeyer'sches Kölbchen werden 10,00 g Substanz gebracht, darauf aus einer Pipette 100 ccm Wasser zugegeben, das Ganze gewogen, das Kölbchen sofort mit einem auch an der unteren Fläche dicht an das Glas anschliefsenden Gummistopfen verschlossen und unter häufigem Umschütteln 2 Stunden lang bei Zimmertemperatur stehen gelassen.

Nach Verlauf dieser Zeit wird in ein 25 ccm fassendes Reischauer-sches Pyknometer filtriert, nach dem Temperieren auf 15° auf die Marke eingestellt und durch Wägung das spezifische Gewicht des Filtrates bestimmt. Man hat dann alle notwendigen Daten.

Es wird vorausgesetzt, dafs

$$M = 1,69 \text{ und } T = 0,046 \text{ ist.}$$

Kölbchen + 10 g Substanz + Wasser wiegt	149,790	g
„ leer	39,763	„
also Gewicht des zugesetzten Wassers	100,027	g
Gewicht des in der Substanz schon enthaltenen Wassers	0,786	„
also W	100,813	g.
Die angewandte Menge Trockensubstanz beträgt $a =$	9,214	g.
Als spezifisches Gewicht der Lösung wurde gefunden $S =$	1,0145	„

Setzt man alle diese Werte in die Formel ein, so erhält man:

$$Mx = 1,69 \cdot \frac{100,813 \,.\, (1,0145 - 1) - 9,214 \,.\, 0,046}{1,69\,(1 - 0,046) - 1,0145} = 1,69 \cdot \frac{1,4618 - 0,4238}{1,6123 - 1,0145} =$$

$$1,69 \cdot \frac{1,0380}{0,5978} = 2,93 \text{ g.}$$

Es sind also in den 10 g angewandter Substanz 2,93 g entsprechend 29,3 Prozent Melassetrockensubstanz enthalten.

Den Wert T findet man nach der Formel:

$$T = \frac{w}{a}\,(s'' - 1).$$

In dieser Formel gelten für w und a die oben gegebenen Definitionen. s'' ist das direkt beobachtete spezifische Gewicht des wässerigen Extraktes eines Aufsaugungsmateriales.

Beispiel. Es soll T von getrockneten Brennereitrebern ermittelt werden. Wassergehalt derselben = 14,43 Prozent.

In einem tarierten Erlenmeyer'schen Kölbchen werden 10 g Substanz abgewogen, mit ca. 100 ccm Wasser übergossen und wieder gewogen.

Gewicht des leeren Gefäfses	32,298	g
Gefäfs + 10 g Substanz + 100 ccm Wasser wiegt .	142,306	„
also Gewicht des zugesetzten Wassers allein	100,008	g.
Da die Substanz 14,43 Prozent Wasser enthält, so sind in der angewandten Substanzmenge von 10 g enthalten	1,443	„
Die gesamte Wassermenge w beträgt also	101,451	g und ccm.

Nach dem Wägen wird das Kölbchen sofort mit einem Stopfen verschlossen und 2 Stunden unter häufigem Umschütteln stehen gelassen: sodann wird in ein (25 ccm fassendes) Pyknometer filtriert, nach dem Temperieren auf 15° auf die Marke eingestellt und gewogen. Es wird so gefunden:

$$s'' = 1,00166.$$

Da die Substanz 14,43 Prozent Feuchtigkeit enthält, ist die Menge der angewandten Trockensubstanz:

$$a = 8{,}557 \text{ g}.$$

Nach der Formel berechnet sich also:

$$T = \frac{101{,}451}{8{,}557} \cdot 0{,}00166 = 0{,}0197.$$

Feuchtigkeit.

5 g Substanz werden bei ca. 100° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und der Gewichtsverlust als „Wasser" auf Prozente berechnet.

Fett.

Die Fettbestimmung erfolgt nach Müller am besten folgendermafsen:

2 g der gemahlenen Substanz werden in einem Gooch-Tiegel durch Auftropfen von kaltem Wasser und Absaugen ausgesüfst, der Rückstand im Trockenschranke bei 95—100° getrocknet und mit Äther im Soxhletschen Extraktionsapparate extrahiert.

Nach dem Verdampfen des Äthers, durch Einstellen des Extraktionskolbens in heifses Wasser, trocknet man den Rückstand drei Stunden lang im Trockenschranke bei 100° C. und wägt nach dem Erkalten.

Die Differenz mit 50 multipliziert gibt den Prozentgehalt an Fett an.

Stickstoff.

Die Stickstoffbestimmung im Melassefutter erfolgt nach Kjeldahl's Methode.

Soll der gefundene Stickstoff als „*Proteïn*" angegeben werden, so multipliziert man denselben mit 6,25.

Anhang.

Die Eichung der Meſsgefäſse.

Für alle chemischen Untersuchungen, bei welchen Flüssigkeiten gemessen werden, ist es von der gröſsten Bedeutung, daſs die zum Messen verwendeten Gefäſse auch wirklich den entsprechenden Rauminhalt besitzen. Aus diesem Grunde hat jeder Chemiker die von ihm zu benutzenden Meſsgefäſse — wenn ihm nicht behördlich geeichte zur Verfügung stehen — auf ihre Richtigkeit zu prüfen, die fehlerhaften zu korrigieren oder auch dieselben von dem Gebrauche auszuschlieſsen.

Die Kalibrierung der Meſsgefäſse soll immer mit einer und derselben Flüssigkeit ausgeführt werden, und zwar sollten Pipetten, Büretten, Maſskolben, sowie alle Apparate, in welchen Wasser resp. wässrige Lösungen gemessen werden, mit Wasser, solche Apparate aber, bei denen Quecksilber zur Absperrung benutzt wird, mit Quecksilber geprüft werden.

Da die Temperatur bei der Prüfung der Meſsgeräte eine auſserordentlich groſse Rolle spielt, so muſs auch auf dieselbe genau Rücksicht genommen werden. Es ist deshalb erforderlich, daſs jeder Apparat oder jedes Meſsgefäſs bei der Temperatur geprüft wird, bei welcher es benutzt werden soll.

Mohr, der Vater der Maſsanalyse, schlug vor, der Bequemlichkeit halber als Liter den Raum zu nehmen, welcher durch 1000 g Wasser bei 17,5° C. an der Luft gewogen eingenommen wird. Der tausendste Teil hiervon, ein Mohr'scher Kubikzentimeter ist also nach derselben Definition ein Raum, welcher von 1 g Wasser, bei 17,5° C. an der Luft gewogen, eingenommen wird.

Das wirkliche Liter wird folgendermaſsen definiert: Ein Liter ist der Raum, welchen 1000 g Wasser, bei 4° C. im luftleeren Raume mit Messinggewichten abgewogen, einnehmen. Ein wirklicher Kubikzentimeter ist also der Raum, welcher von 1 g Wasser, bei 4° C. im luftleeren Raume mit Messinggewichten abgewogen, eingenommen wird.

Da jetzt in bezug auf das Normalgewicht für Polarisation viel diskutiert wird, so ist auch die Frage mit auf die Tagesordnung gekommen.

welches Kubikzentimeter zu verwenden ist, und nach den neuesten Beschlüssen hat man sich dahin geeinigt, das wahre Kubikzentimeter anzunehmen. Von Seiten der Zuckerindustrie ist die Justierung der Mefsgefäfse bei + 20° C. angenommen worden.

Nach den Vorschriften der Normaleichungskommission enthält ein Literkolben bei 15° C. 1000 wirkliche Kubikzentimeter, welche einer Menge Wasser von 999,126 g im luftleeren Raume entsprechen. 1897 wurde auch von der Kommission die Temperatur + 20° C. als zweite Eichungstemperatur eingeführt.

Es werden in Deutschland zu amtlichen Eichungen zugelassen:

Für eine einzige Mafsgröfse ohne Einteilung: Kolben und Vollpipetten, ferner zum Gebrauche bei Zuckeruntersuchungen: Kolben mit zwei Strichen. Mit Einteilung in gleich grofse Raumteile: Mefszylinder, Büretten, Überlaufpipetten, Gefäfse für Zuckeruntersuchung, Mefspipetten und Zähigkeitsmesser. Der Raumgehalt kann sich entweder auf *Eingufs* in das trockene Gefäfs oder auf *Ausgufs* unter Voraussetzung einer gleichförmigen Benetzung der Gefäfswände beziehen. Als unvermeidliche Benetzung gilt das, was zurück bleibt, wenn man a) bei durch Umkehren zu entleerenden Gefäfsen dieses, schräg gehalten, eine Minute abtropfen läfst und deren letzten Tropfen abstreicht; b) Pipetten ganz oder bis zur untern Strichmarke frei auslaufen läft, während das Auslaufsrohr beständig die Wandung des die Füllung aufnehmenden Gefäfses berührt, und dann noch $^1/_4$ Minute nachlaufen läfst; c) bei Büretten und Mefspipetten, wenn die nötige Menge ausgelaufen ist, den letzten Tropfen abstreicht und vor der Ablesung noch 2 Minuten wartet. Bei allen Mefsgeräten gilt als Ablesungsstelle der tiefste Punkt des Flüssigkeitsmeniskus. Die Ablaufspitzen sollen gerade, dünn ausgezogen, mit ebener und glatter Mündung (die etwas eingezogen sein darf) versehen sein. Die zulässigen Fehlergrenzen (stets nach oben oder nach unten zu verstehen) sind:

Bei Kolben auf *Ausgufs*, Inhalt	2 l		= 1	ccm.
„ „ „ „ „	von 1 l bis einschl.	0,5	= 0,6	„
„ „ „ „ „	„ 0,5 l „ „	0,3	= 0,3	„
„ „ „ „ „	„ 0,25 l „ „	0,1	= 0,2	„
„ „ „ „ „	0,05 l		= 0,1	„
„ „ „ *Eingufs* die Hälfte dieser Werte.				

Die *Kolben für Zuckeruntersuchungen* sind nur auf Eingufs und nur für einen Raumgehalt von 50, 100 oder 200 ccm zulässig. Ein zweiter Strich darf nur über dem den bezeichneten Raumgehalt abgrenzenden Striche gezogen sein und soll von diesem bei einem Raumgehalte des Kolbens von

	50	100	200 ccm
um mindestens	10	10	30 mm

abstehen.

Zwischen den beiden Strichen darf der Hals ausgebaucht sein, so jedoch, dafs er über dem unteren und unter dem oberen Striche noch mindestens 3 mm zylindrisch verläuft. Der von den beiden Strichen abgegrenzte Raumgehalt darf nicht mehr als den zehnten Teil und nicht weniger als den zweihundertsten Teil des von dem unteren Striche abgegrenzten Raumgehalts betragen.

Die innere Weite des Halses soll bei einem Raumgehalte des Kolbens von

	50	100	200 ccm
nicht mehr als	10	12	25 mm

betragen.

Bei Kolben mit zwei Strichen mufs der Abstand des oberen Striches vom Rande mindestens 50 mm betragen. Bei Kolben mit einem Striche mufs der Abstand dieses Striches vom Rande bei einem Raumgehalte des Kolbens von

	50 und 100	200 ccm
mindestens	50	70 mm

betragen.

Die zulässigen Fehlergrenzen betragen:

Bei Vollpipetten von 1 bis einschl. 2 ccm . .	0,01 ccm.
„ „ „ 2 „ „ 10 „ . .	0,02 „
„ „ „ 10 „ „ 30 „ . .	0,03 „
„ „ „ 30 „ „ 75 „ . .	0,05 „
„ „ „ 75 „ „ 200 „ . .	0,1 „

Bei Überlaufpipetten (d. h. solchen, deren Raumgehalt oben durch den Rand des Ansaugerohres selbst begrenzt ist) gelten bis 200 ccm dieselben Fehlergrenzen; bei gröfseren betragen sie:

Bei mehr als 200 bis einschl. 500 ccm . . .	0,2 ccm.
„ „ „ 500 „ „ 1000 „ . . .	0,3 „
„ „ „ 1000 „ „ 2000 „ . . .	0,5 „

Bei Büretten und Mefspipetten darf der Fehler des gesamten Raumgehaltes höchstens betragen:

Bei 1 bis einschl. 2 ccm	0,01 ccm.
„ mehr als 2 bis einschl. 10 ccm	0,02 „
„ „ „ 10 „ „ 30 „	0,03 „
„ „ „ 30 „ „ 50 „	0,05 „
„ „ „ 50 „ „ 100 „	0,1 „

Bei Meſszylindern, Meſsgläsern gleicher Gröſse auf Einguſs das Doppelte, auf Ausguſs das Vierfache; ferner bei Meſszylindern auf Einguſs:

Bei mehr	als	100	bis einschl.	200	ccm	. . .	0,5	ccm.
"	"	"	200	"	"	500	"	. . .	1,0	"
"	"	"	500				2,0	"

Bei Meſsgläsern auf Ausguſs das Doppelte. Bei Meſsgläsern auf Einguſs darf der Fehler desjenigen Raumes, welcher in 10 aufeinanderfolgenden kleinsten Teilabschnitten enthalten ist, an keiner Stelle der Einteilung mehr betragen als

1	ccm	bei	Einteilung	in	10	und	5	ccm.
0,4	"	"	"	"	2			"
0,2	"	"	"	"	1	"	0,5	"
0,1	"	"	"	"	0,2	"	0,1	"

Bei Meſsgläsern auf Ausguſs das Doppelte dieser Beträge, bei den Büretten und Meſspipetten mit Einteilungen in 0,01 bis einschlieſslich 0,2 ccm nicht mehr als ein Drittel eines kleinsten Teilabschnittes, bei den andern nicht mehr als ein Viertel. Der im Mehr oder Minder zuzulassende Fehler für den von jedem Striche abgegrenzten Rauminhalt, sowie für den Raumgehalt, welchen zwei Striche zwischen einander abgrenzen, darf nicht gröſser sein als die Hälfte des zulässigen Fehlers des Gesamtraumgehaltes, falls es sich um weniger als die Hälfte des Gesamtraumgehaltes handelt, und nicht gröſser als der ganze Betrag dieses Fehlers, falls die Hälfte oder mehr des Gesamtraumgehaltes in Frage kommt.

Stehen also dem Chemiker keine amtlich geprüften Meſsgeräte zur Verfügung, so findet er in den obigen Angaben alle erforderlichen Anhaltspunkte für die Beurteilung der zu prüfenden Meſsgeräte.

Man prüft Vollpipetten in der Weise, daſs man bei denselben den Inhalt derselben auf einmal unter Beobachtung der amtlichen Vorschriften in ein tariertes Wägegläschen laufen läſst und das Flüssigkeitsquantum genau auswiegt. Bei eingeteilten Geräten, wie Büretten und Meſspipetten, wägt man mehrere einzelne Beträge hintereinander und zuletzt die Gesamtmenge aus.

Selbstverständlich muſs das bei der Prüfung verwendete Wasser die Normaltemperatur $+15^0$ oder $+20^0$ C. besitzen.

Die Indikatoren

für Alkalimetrie und Azidimetrie (Lackmus, Methylorange und Phenolphtaleïn).

Unter Alkalimetrie und Azidimetrie versteht man die maſsanalytische Bestimmung des Gehaltes von ätzenden und kohlensauren Alkalien und Ammoniak, auch alkalischen Erden, beziehungsweise von Säurelösungen. an Reinsubstanz.

Die Methoden der Alkalimetrie und Azidimetrie beruhen darauf, daſs, wenn alkalische oder saure Flüssigkeiten, welche aber nicht notwendig freies Alkali oder freie Säuren enthalten müssen, zusammengemischt werden, in einem bestimmten Augenblick die Farbe eines dem Gemisch hinzugesetzten *Indikators* verändern.

Eine von Ostwald[1]) aufgestellte *Theorie der Indikatoren* sei in folgendem wiedergegeben:

„Damit ein Farbstoff als Indikator brauchbar sei, muſs er entweder saurer oder basischer Natur sein und muſs im nicht dissoziierten Zustande eine andere Farbe haben als im Ionenzustande. Ferner darf er keine starke Säure (oder Basis) sein, da er sonst schon im freien Zustande in seine Ionen zerfallen wäre und keine Änderung seiner Farbe bei der Neutralisation zeigen würde. Denn bei der Neutralisation einer starken Säure gehen nur ihre freien Wasserstoff-Ionen mit dem Hydroxyl der Basis in Wasser über, während das Anion keine Änderung erleidet. Eine schwache Säure existiert aber zum groſsen Teil nicht als Ion, sondern als undissoziiertes Molekül in der Lösung, und erst durch die Neutralisation, d. h. durch den Übergang in ein Neutralsalz tritt die Ionenbildung ein. da die Neutralsalze, auch der schwachen Säuren, sehr vollständig dissoziiert sind.

Die Eigenschaften eines Indikators hängen im übrigen wesentlich von dem Dissoziationsgrade ab. Ist er eine sehr schwache Säure (oder Basis), so werden auch Säuren (Basen) von mittlerem oder noch geringerem Dissoziationsgrade, sowie sie im geringsten Überschusse zugegen sind, ihm

---

[1]) Wissenschaftl. Grundlagen der analyt. Chemie 1894, 2 Aufl., 103.

ihren Wasserstoff abgeben, um die den Übergang aus dem Ionenzustand in das nicht dissoziierte Molekül anzeigende Farbenänderung hervorzurufen. Solche Indikatoren, z. B. Phenolphtaleïn, werden daher gegen Säuren sehr empfindlich sein und sich auch zur Messung ziemlich schwacher Säuren, wie Essigsäure, verwenden lassen. Dagegen bilden sie mit schwachen Basen nur unvollkommene Salze, da diese durch das Wasser hydrolytisch zersetzt werden.

Während also die durch Alkali rotgefärbte Lösung, die das Salz des Phenolphtaleïns, d. h. dessen Ionen enthält, durch den geringsten Überschufs von freier Säure entfärbt wird, indem sich das farblose, nicht dissoziierte Molekül bildet, wirken schwache Basen nur unvollkommen und unscharf. Schon bei Ammoniak gehört ein merklicher Überschufs dazu, um in sehr verdünnten Lösungen die hydrolytische Wirkung des Wassers zu überwinden und das rote Anion des normalen Phenolphtaleïnsalzes entstehen zu lassen. Daher ist Phenolphtaleïn ein nur für die stärksten Basen und mithin nicht allgemein für Alkalimetrie geeigneter Indikator, wohl aber für die Azidimetrie, insbesondere schwächerer Säuren, bei welchen man zur Neutralisation beliebig starke Basen wählen kann.

Umgekehrt ist ein anderer Indikator, das Methylorange, eine mittelstarke Säure, deren Ionen gelb gefärbt sind, während das nicht dissoziierte Molekül rot ist. Die wässerige Lösung der reinen Säure ist schon merklich dissoziiert und zeigt daher eine Mischfarbe. In einer basischen Flüssigkeit zeigt sich die gelbe Farbe des Ions. Bei Zusatz einer starken Säure geht beim geringsten Überschusse derselben infolge der Massenwirkung des Wasserstoff-Ions die Dissoziation zurück und die rote Farbe des unzersetzten Moleküls tritt auf. Dies gilt aber mit Schärfe nur bei starken Säuren. Bei schwachen, d. h. wenig dissoziierten Säuren entsteht bei der Überschreitung des Neutralisationspunktes nur allmählich eine gröfsere sichtbare Menge nicht dissoziierter Moleküle von Methylorange; die Rötung tritt demnach erst nach erheblicherem Zusatze der Säure und stufenweise ein, die Reaktion wird unscharf, und hier, also für Titration mit schwächeren Säuren, ist das Metylorange demnach nicht am Platze.

Dagegen ist es der richtige Indikator für die Titration aller, auch der schwachen Basen; denn bei seiner ausgeprägt sauren Natur bildet es auch mit diesen noch Salze, die durch Wasser nicht merklich hydrolisiert werden, und gibt daher scharfe Umschläge auch dort, wo schwächer saure Indikatoren versagen.

Die übrigen sauren Indikatoren liegen zwischen diesen beiden Extremen. Ganz analog sind von den basischen Indikatoren nur die stärker dissoziierten für Titration schwacher Säuren brauchbar, während schwache Basen einen möglichst schwach basischen Indikator erfordern.

Weder bei sauren noch basischen Indikatoren darf man in das Extrem der stärksten Dissoziation gehen. Ein sehr stark saurer Körper ist in saurer Lösung so gut wie vollständig dissoziiert; seine Anionen sind schon im freien Zustande vorhanden und nehmen diesen nicht erst durch Salzbildung an, ändern also bei Neutralisation ihre Farbe gar nicht. Daher zeigen z. B. Pikrinsäure, Übermangansäure usw. in saurer und alkalischer Lösung gleiche Farbe.

Die Gegenwart von Kohlensäure, die bei Berührung mit atmosphärischer Luft auf basische Flüssigkeiten einwirkt, ist bei der Messung schwacher Säuren streng auszuschliefsen; man mufs dann die alkalische Titrierflüssigkeit gegen die atmosphärische Luft streng abschliefsen. Bei der Titration starker Säuren dagegen kann man die Wirkung der Kohlensäure durch Wahl eines Indikators von mittlerer Säurestärke unschädlich machen, am besten Methylorange, mit der man sogar Karbonate und Bikarbonate direkt titrieren kann. Der Übergang ist hier um so schärfer, je konzentrierter die Lösung ist, da die Unterschiede der Dissoziation bei wachsender Verdünnung zunehmend verwischt werden. Ähnlich wie Kohlensäure verhält sich Schwefelwasserstoff.

Bei der Titration mehrbasischer Säuren treten zuweilen unscharfe Übergänge ein, die auf eine Hydrolyse der neutralen Salze hindeuten, infolge einer stufenweisen Dissoziation. Für den Farbenübergang des Indikators kommt nur die Beschaffenheit des letzten schwächsten Wasserstoffatomes in Frage, da das erste (oder die ersten) bereits durch die ersten Anteile der zugesetzten Basis beseitigt worden sind. Auch hier kann durch Hydrolyse ein unscharfer Übergang verursacht werden.

Auf dem gleichen Umstande beruht das verschiedene Verhalten mehrbasischer Säuren gegen verschiedene Indikatoren. Phosphorsäure verhält sich mit Methylorange wie eine einbasische Säure, d. h. nur ihr erstes Wasserstoffatom ist genügend dissoziiert, um den gelben Säure-Ionen den zur Bildung der roten Moleküle erforderlichen Wasserstoff liefern zu können. Mit dem viel schwächer sauren Phenolphtaleïn verhält sich die Phosphorsäure als zweibasisch, weil es viel geringere Konzentration der Wasserstoff-Ionen braucht, um in die farblose, nicht dissoziierte Verbindung überzugehen. Das dritte Wasserstoffatom der Phosphorsäure hat so schwachen sauren Charakter, dafs das entsprechende Alkalisalz in wässeriger Lösung stark hydrolisiert und eine Titration nicht ausführbar ist.

Ähnlich erklärt es sich, dafs man Kohlensäure mit Phenolphtaleïn als einbasische Säure titrieren kann.

In diesen Fällen sind die Farbenübergänge weniger scharf als bei den starken einbasischen Säuren und man mufs auf gröfsere Konzentrationen achten, da die Vorgänge sich etwas mit der Verdünnung verschieben.

Von den vielen zur Maſsanalyse vorgeschlagenen Indikatoren haben sich in der Alkalimetrie und Aridimetrie nur drei derselben ausreichend bewährt. Es sind dies Lackmus, Methylorange und Phenolphtaleïn. Auch der Gebrauch des Lackmus ist zurückgegangen und in vielen Laboratorien wird dasselbe nur noch in Form von Lackmuspapier angewendet.

Lackmus.

Das im Handel käufliche Lackmus besteht aus kleinen blauen Würfeln, in denen der eigentliche Farbstoff, das blaue Kalisalz der roten Azolitminsäure, mit Gips und Kalziumkarbonat gemengt ist. Zuweilen findet man auch Lackmus, das mit Indigo verfälscht ist.

In Mohr-Classens Titriermethode wird die Bereitung der Lackmustinktur folgendermaſsen angegeben: Zur Entfernung eines fremden Farbstoffes werden die Lackmuswürfel zuerst drei- bis viermal mit 85 prozentigem Weingeist ausgekocht. Diese Absude sowie auch der erste wässerige werden weggegossen. Die übrigen Abkochungen werden tropfenweise mit verdünnter Salzsäure versetzt, bis sie eine violette Färbung angenommen haben. Am empfindlichsten soll die Lackmustinktur werden, wenn man dieselbe mit verdünnter reiner Schwefelsäure übersättigt, darauf die Kohlensäure durch längeres Kochen austreibt und nun Barytwasser bis zur Violettfärbung hinzusetzt.

Wird die Lackmustinktur in verschlossenen Gefäſsen aufbewahrt, so verdirbt dieselbe sehr leicht. Es ist dies jedenfalls auf die Einwirkung und Entwicklung anaërober Mikroben zurückzuführen. Stellt man dagegen Luftwechsel her, so kann sie beliebig lange in gutem Zustande erhalten werden. Am besten hebt man die Tinktur in einer durch einen lose aufgesetzten Korken verschlossenen Flasche auf. In dem Korken befestigt man eine kleine Pipette, mit welcher man die erforderlichen Mengen herausnimmt. Ist die Lackmustinktur neutral und richtig hergestellt, so ist sie ein ausgezeichnetes Reagens, sowohl für Basen, welche die violetten Farben ins Blaue umändern, als auch für starke Säuren, welche eine rein rote (gelbrote) Farbe geben.[1]) Handelt es sich um völlig kohlensäurefreie Lösungen, so kann man ebensogut freie Alkalien durch Säuren, als auch freie starke Säuren durch Alkalien (Kali, Natron oder Ammoniak) mit gröſster Genauigkeit titrieren.

Lunge faſst seine[2]) Betrachtungen über das Lackmus folgendermaſsen zusammen:

[1]) Lunge, Chemisch-technische Unters. I, 63.

[2]) Loc. cit.

„Zur Titration von *freien starken Säuren* ist Lackmus sehr gut brauchbar und namentlich auch bei künstlicher Beleuchtung zu verwenden: doch mufs man, wenn es auf irgend gröfsere Genauigkeit ankommt, mit kohlensäurefreien Laugen (Kalilauge, Natronlauge, Ammoniak, Barytwasser) und in der Kälte titrieren. Auf das Material des Gefäfses kommt es dann kaum an. Einen Vorzug vor Methylorange hat aber selbst in diesem Falle das Lackmus nur bei Anwendung von $^1/_{10}$ Normal-Laugen, die man in der Praxis sehr selten anwendet, und nur dann, wenn die Vorsichtsmafsregeln in bezug auf das Fernhalten von Kohlensäure bei der ganzen Operation peinlich beobachtet werden. Das ist aber eben sehr schwierig: selbst Barytwasser kann noch genügend Baryumkarbonat in Auflösung enthalten, um die Endreaktion ungenau zu machen. *Praktisch* besteht daher die gerühmte gröfsere Empfindlichkeit des Lackmus in keinem Falle bei technischen Untersuchungen.

Für Titrierung von *schwefligsauren, borsauren, phosphorsauren* Salzen ist Lackmus unbrauchbar.

Zum Titrieren von *kohlensauren* Salzen ist Lackmus brauchbar, aber durchaus nicht besonders zu empfehlen. Es ist hier nur anwendbar bei Austreibung der Kohlensäure durch anhaltendes Kochen und auch so ist eine genaue Arbeit nur bei Einhaltung folgender Vorsichtsmafsregel möglich. Will man bei der Titrierung kohlensaurer Salze bei Anwendung von Lackmus genaue Resultate erzielen, so setzt man gleich von Anfang an einen entschiedenen Überschufs der Normalsäure hinzu, kocht die Kohlensäure aus und titriert dann mit Normalalkali zurück. Aber auch hier erhält man nur dann scharfe Resultate, wenn, wie schon oben bemerkt, das Alkali kohlensäurefrei ist. Da bei Methylorange alle diese Erscheinungen fortfallen und überdies die Operation durch das Fortfallen des Kochens in ungleich kürzerer Zeit beendigt wird, so steht beim Titrieren der Karbonate Lackmus dem Methylorange weit nach, und ist auch in bezug auf die Empfindlichkeit für alle praktischen Fälle, mit Ausnahme der künstlichen Beleuchtung, nicht im Vorteile.

Schliefslich sei noch das Lackmuspapier erwähnt, das noch immer das wichtigste aller Reaktionspapiere ist. Man bereitet es mit neutraler Lackmustinktur und besser nicht mit Filtrierpapier, sondern feinem weifsen Schreibpapier, das man unter öfterem Umwenden damit tränkt und an einem vor Staub und chemischen Ausdünstungen freien Orte zum Trocknen aufhängt. Ebenso mufs das fertige Reaktionspapier in einem dicht schliefsenden Gefäfse aufbewahrt werden, aber nicht in einer Glasflasche, da es am Licht schnell ausbleicht.

Ein neutrales Lackmuspapier dient sowohl für saure wie alkalische Reaktion und ist für beide empfindlich. Das mit Schreibpapier hergestellte ist dem mit Filtrierpapier hergestellten weit vorzuziehen, da beim Auf-

bringen einer Lösung mittelst eines Glasstabes im ersten Falle nur ein schmaler Streifen, im zweiten aber durch Ausfliefsen ein grofser Fleck entsteht und daher die Reaktion sich auf ein viel weiteres Feld verteilt."

Methylorange.

Methylorange wurde von Lunge als Indikator in die Mafsanalyse eingeführt und schlug derselbe den Namen „Methylorange" für das Natrium- oder Ammoniumsalz der Dimethyl-p-azobenzol-p-sulfosäure vor. Es bildet ein kristallinisches, orangegelbes, in Wasser leicht lösliches Pulver.

Zur Herstellung der Indikatorflüssigkeit löst man 1 g desselben in 1 l Wasser auf. Für jede Titration verwendet man nur so viel, dafs eine eben merkliche Gelbfärbung in alkalischen Lösungen auftritt. Hierzu genügen 2—3 Tropfen. Wendet man zu viel an, so wird der Punkt des Farbenumschlages unscharf.

Bei der Titration beachte man auch, dafs die Temperatur der zu untersuchenden Lösung unter 30° C. liegt, da bei höheren Temperaturen der Übergang nur schlecht zu erkennen ist.

Der Indikator färbt sich nicht nur durch freie Alkalien gelb, sondern es wird auch durch lösliche Karbonate, Bikarbonate, Sulfide, Silikate, Borate, arsenigsaure Salze, fettsaure Salze, sowie durch die Salze aller schwachen Säuren der Farbenumschlag bewirkt.

Küster, welcher sich speziell mit dem Studium der Indikatoren befafste,[1] zeigte, dafs freie Kohlensäure in reinem Wasser oder Lösungen von Neutralsalzen starker Säuren schon Methylorange rot färbt und fafst seine Schlufsfolgerung in folgendem Satze zusammen: „*Methylorange* wird, entgegen den früheren Angaben, *auch durch Kohlensäure stark verfärbt. Es ist deshalb bei der Titration karbonathaltiger Alkalilaugen mit Methylorange als Indikator stets bis zu einer gewissen „Normalfärbung" zu titrieren, welche durch eine gleich konzentrierte, wässerige, mit Kohlendioxyd gesättigte Lösung des Farbstoffes definiert ist.*"

Bei der Titrierung der starken Mineralsäuren ist das Methylorange der beste Indikator. Dagegen ist es bei *organischen Säuren* (Oxalsäure, Wein- und Zitronensäure) *nicht anwendbar.*

Wie schon früher erwähnt wurde, kann man neben dem Methylorange einen andern Indikator, wie Phenolphtaleïn, anwenden, um in derselben Lösung zwei Bestandteile nebeneinander zu bestimmen. Hat

[1] Zeitschr. f. anorg. Chemie 13, 127.

man, wie im obigen Falle, neben Natriumkarbonat noch Natriumhydrat in Lösung, so titriert man zuerst mit Phenolphtaleïn das Natriumhydrat und die eine Hälfte des Karbonates, welches in $NaHCO_3$ übergeht, und darauf die andere Hälfte des letzteren mit Methylorange.

- - - -

Phenolphtaleïn.

Diparaoxydiphenylphtalid,

$$C_6H_4 \begin{matrix} \diagup C(C_6H_4 \,.\, OH)_2 \diagdown \\ \diagdown \;\; CO \;\; \diagup \end{matrix} O = C_{20}H_{14}O_4,$$

ist ein hellgelbes, körniges Kristallpulver, das bei 250—253° schmilzt, sich in Wasser wenig, dagegen leicht in Alkohol löst. Man löst 1 g desselben in 100 ccm 90—95 prozentigem Alkohol auf und verwendet für jede Bestimmung einige Tropfen, da ein kleiner Überschufs ohne jeden Nachteil ist.

Phenolphtaleïn ist einer der empfindlichsten Indikatoren und wird auch durch die geringste Spur eines fixen Alkalis intensiv rot gefärbt.

Ebenso empfindlich ist es gegen die schwächsten Säuren, besonders Kohlensäure, durch welche es entfärbt wird. Bei Gegenwart von Ammoniumsalzen, sowie für die Titration von Ammoniak ist es nicht anwendbar.

Phenolphtaleïn eignet sich ausgezeichnet für die Titration schwächerer Säuren. Es ist aber stets dabei zu beachten, dafs die für die Titration angewendete Lauge vollkommen kohlensäurefrei ist; handelt es sich um die Bestimmung starker Mineralsäuren, so ist hier aus demselben Grunde Methylorange besser am Platze.

Für die Bestimmung ätzender fixer Alkalien und alkalischer Erden ist Phenolphtaleïn entschieden der empfindlichste und schönste Indikator, wenn diese Körper allein ohne Karbonate in Lösung sind. Bei den alkalischen Erden, deren Karbonate in Wasser schwer löslich sind, kann man nach den Angaben von Winkler, Küster und Lunge durch vorsichtigen Zusatz der Säure genau den Punkt treffen, wo gerade der Ätzkalk gesättigt ist, da die kleine Menge der frei werdenden Kohlensäure das Phenolphtaleïn entfärbt und dadurch das Ende der Reaktion anzeigt.

Bei der Titration kohlensaurer Alkalien in der Hitze wird die Empfindlichkeit des Phenolphtaleïns durch das erforderliche lange Kochen in Glasgefäfsen und die hierdurch erfolgende Einwirkung auf das Glas ganz illusorisch gemacht und ist hier Methylorange entschieden vorzuziehen.

Wird dagegen in der Kälte titriert, so verhält sich das Phenolphtaleïn folgendermafsen:[1] „Solange die durch die Reaktion $Na_2CO_3 + 2\,HCl = 2\,NaCl + CO_2 + H_2O$ entstehende Kohlensäure noch genügend Soda vorfindet, um damit Bikarbonat zu bilden, aber immer noch etwas Soda im Überschufs vorhanden ist, bleibt die rote Farbe bestehen. Wenn aber alles in $NaHCO_3$ übergegangen ist und nun noch freie Kohlensäure auftritt, so verschwindet die Farbe, da freie Kohlensäure eben diese Farbe zerstört. Früher glaubte man dies direkt zur Bestimmung des Alkaligehaltes in normalen Karbonaten benutzen zu können, wobei jedes Äquivalent der Normalsäure natürlich zwei Äquivalente Alkali anzeigt ($Na_2CO_3 + HCl = NaCl + NaHCO_3$), und man verwendet diese Reaktion namentlich zur Bestimmung von Natriumkarbonat neben Ätznatron in der Art, dafs man zunächst mit Phenolphtaleïn auf farblos titriert, wobei alles $NaOH$ und die Hälfte des Na_2CO_3 gesättigt werden, und dann entweder kochend weiter titriert oder bequemer Methylorange zusetzt und kalt austitriert. Das Resultat der zweiten Titration mit 2 multipliziert gibt das ursprünglich vorhandene Na_2CO_3; das $NaOH$ folgt aus der Differenz zwischen der ersten und der zweiten Titrierung."

Küster[2]) zeigte, dafs diese Bestimmung nicht ganz genau ist, sie ist jedoch nach Lunge[3]) genügend genau zur Bestimmung von sehr wenig Karbonat neben viel Hydrat, wie in der kaustischen Soda.

---

1) Lunge, Chem.-techn. Unters. I, 75.

2) Loc. cit.

3) Z. f. angew. Chemie 1897, 41.

Herstellung von Normallösungen.

Unter einer Normallösung versteht man eine Titerflüssigkeit, welche in einem Liter das *Äquivalentgewicht* der betreffenden Substanz in Grammen enthält, oder auch eine Flüssigkeit, von der jedes Liter ein Wasserstoffäquivalent des zu untersuchenden Bestandteiles in Gramm anzeigt. Eine $^1/_1$ Normal-Salzsäure soll im Liter je ein Grammäquivalent einer Base anzeigen. Es entspricht also z. B. 1 l $^1/_1$ Normal-Salzsäure 31 g $NaOH$ oder $\frac{171}{2} = 85{,}5$ g $Ba(OH)_2$ zu einem Liter gelöst. Da die Schwefelsäure H_2SO_4 zwei ersetzbare Wasserstoffatome enthält, so mufs eine $^1/_1$ Normal-Schwefelsäure $\frac{98}{2} = 49$ g H_2SO_4 enthalten. Eine $^1/_1$ Normal-Silberlösung enthält also, wenn 108 g Silber (genauer 107,934 g) in Salpetersäure gelöst und mit Wasser zu einem Liter verdünnt werden, 108 g Silber.

Aufser diesen Normallösungen finden in der Mafsanalyse auch noch sogenannte empirische Lösungen Verwendung. Dies sind Lösungen, deren Gehalt an wirksamer Substanz in keinem einfachen Verhältnis zum Äquivalentgewicht der Substanz steht.

Man wendet diese Lösungen sehr viel da an, wo es darauf ankommt. ausschliefslich vergleichende Werte zu finden, so dafs man, wenn man zur Bestimmung 1, 5 oder auch 10 g abwiegt, sofort aus den verbrauchten Kubikzentimetern ersehen kann, wieviel die untersuchte Menge an Prozenten wirksamer Substanz enthält.

Die nach Äquivalenten eingestellten Lösungen haben aber den grofsen Vorteil, dafs man sie ohne weitere grofse Rechnung auf alle brauchbaren Fälle anwenden kann. So zeigt uns z. B. eine $^1/_1$ Normal-Salz- oder Schwefelsäurelösung für jeden verbrauchten Kubikzentimeter 0,040 g $NaOH$, oder 0,031 g Na_2O, oder 0,053 g Na_2CO_3, oder 0,069 g K_2CO_3, oder auch 0,028 g CaO ohne weiteres an.

Zur Herstellung der Titerflüssigkeiten bedient man sich der Mefskolben. Man bringt zu diesem Zwecke die abgewogene Menge der Titersubstanz mittelst eines Trichters in den auf Glanzpapier stehenden Kolben, löst in Wasser, läfst, wenn nötig, die Lösung sich bis auf Normaltemperatur abkühlen oder erwärmen, und füllt dann den Kolben unter öfterem Umschütteln mit Wasser bis etwas unterhalb der am Halse befindlichen Marke;

schliefslich läfst man vorsichtig tropfenweise Wasser zufliefsen, bis der unterste Teil des Meniskus der Flüssigkeit, während der Kolben auf Augenhöhe gehalten wird, eben auf der Marke aufsteht. Nachdem man den Stopfen auf den Kolben gesetzt hat, schüttelt man längere Zeit tüchtig um und bewahrt die jetzt zum Gebrauche fertige Flüssigkeit in Stöpselflaschen auf. Die zur Aufbewahrung der Normallösungen dienenden Flaschen werden mit Etiketten versehen und auf denselben der Titer, sowie die Koeffizienten für die entsprechenden Substanzen verzeichnet.

Da es mehrere Substanzen (Schwefelsäure, Salzsäure usw., Natrium- und Kaliumhydroxyd) gibt, welche nicht so rein oder so trocken zu erhalten sind, dafs man dieselben mit der gröfsten Genauigkeit abwiegen kann, so wiegt man in allen diesen Fällen etwas mehr als erforderlich ab und erhält dann eine Lösung, welche mit Hilfe der Gewichtsanalyse oder auch vermittelst einer bereits vorhandenen Normallösung eingestellt werden mufs.

---

a) Normalsäuren.

Normal-Salzsäure.

1 l enthält 36,5 g HCl.

Chemisch reine konzentrierte Salzsäure wird so weit verdünnt, dafs sie ungefähr das spezifische Gewicht 1,020 zeigt. Die so erhaltene verdünnte Säure ist etwas stärker als die Normalsäure.

Zur genauen Einstellung füllt man die Säure in eine Bürette und titriert damit eine abgewogene Menge frisch geglühter Soda.

Wäre nun die Säure wirklich normal, so müfste, wenn man a g Soda abgewogen hat und b ccm Säure zur Titration verbraucht hat, $b = \frac{a}{0{,}053}$ sein. Dies wird aber wohl für gewöhnlich nicht der Fall sein, sondern man wird wohl für gewöhnlich weniger Säure verbrauchen. Aus der Formel berechnet man nun, wieviel Kubikzentimeter wirkliche Normalsäure gebraucht werden sollten; diese Zahl ist $\frac{a}{0{,}053} = c$; b ist dann kleiner als c. Um nun zu berechnen, wieviel die Säure verdünnt werden mufs, um eine wirkliche Normalsäure zu erhalten, so berechnet sich die Anzahl der Kubikzentimeter x, welche man zu einem Liter verdünnen mufs, um die gewünschte Säure zu erhalten, nach der Formel:

$$x = \frac{1000\,b}{a}.$$

x ist dann die Anzahl der Kubikzentimeter der Säure, welche man genau abmifst und zu einem Liter auffüllt.

Als Indikator benutzt man am besten Methylorange. Lackmus und Phenolphtaleïn lassen sich nur unter ganz besonderen Vorsichtsmafsregeln anwenden.

Das im Handel erhältliche Natriumkarbonat kann als solches nicht ohne weiteres für die Titerstellung benutzt werden. Will man dennoch die reine Soda verwenden, so prüfe man dieselbe auf jeden Fall erst, ob sie sich klar in Wasser löst, dafs sie nach der Neutralisation mit Salpetersäure keine Trübung mit Silbernitrat gibt und ferner ihre salzsaure Lösung keine Reaktion auf Sulfate mit Chlorbaryum gibt.

Am besten ist es jedoch, sich selbst reines Salz für diese Titerstellungen herzustellen. Hierzu geht man von dem Bikarbonat aus und verfährt nach Reinitzer folgendermafsen:[1])

Man erwärmt ca. 250 ccm destilliertes Wasser in einem hohen Becherglase (am besten aus Jenaer Geräteglas; gewöhnliches Glas verursacht manchmal Verunreinigung) auf 80° und trägt unter Umrühren kleine Mengen Bikarbonat bis zur Sättigung ein, wobei ein Teil der Kohlensäure unter Aufschäumen entweicht. Wenn sich auch beim Umrühren nichts mehr löst, filtriert man durch ein Faltenfilter, am besten im Warmwassertrichter, in einen Kolben und kühlt auf 10—15° ab. Dabei scheidet sich eine reichliche Menge eines grobkristallinischen Salzes aus, ein Gemenge von Bikarbonat und „Trona", das sich ohne Anwendung eines Papierfilters und daher ohne Verunreinigungen durch Papierfasern durch einen Trichter, dessen Hals durch einen Platinkonus verschlossen ist, von der Mutterlauge trennen läfst. Man saugt diese ab, wäscht einige Male mit kaltem Wasser nach, bringt das Salz in eine Platinschale und trocknet dasselbe scharf. Nach Lunge's Vorschrift zerreibt man dann das trockene Salz und erhitzt es in kleinen, für die Titerstellung bestimmten Mengen im Luftbade auf *höchstens* 300° C. Lunge hat nämlich gezeigt,[2]) dafs das Bikarbonat schon durch wenige Minuten dauernde Erhitzung auf 260—270° C. vollkommen in Na_2CO_3 übergeführt wird. Wenn man das Muster im Sandbade oder Luftbade $^1/_2$ oder 1 Stunde nicht über 300° erhitzt, so wird man sicher sein, weder Bikarbonat noch Wasser noch Natriumoxyd darin zu haben.

Um nun die Säure einzustellen, wägt man ca. 2,5 g Soda ab, löst in Wasser, setzt als Indikator Methylorange hinzu und titriert unter eifrigem Umrühren, bis der Farbenumschlag rosenrot resp. gelb eintritt.

---

[1]) Zeitschr. f. angew. Chemie 1894, 551.

[2]) Ebenda 1897, 522.

Man hat z. B. genau 2,5 g abgewogen und zur Titration 47,0 ccm Säure verbraucht. Wäre die Säure genau eingestellt gewesen, so hätte man $\frac{2,5}{0,053} = 47,15$ ccm verbrauchen müssen. Die Säure ist also ein klein wenig zu stark und mufs nun etwas verdünnt werden, bis sie genau einsteht, oder man mufs die Ablesungen mit $\frac{47,00}{47,15} = 0,9968$ multiplizieren, um sie auf die richtige Normalsäure zurückzuführen.

Will man die fertige Salzsäure noch weiter prüfen, so bestimmt man ihren Chlorgehalt durch Ausfällung mit Silbernitrat.

10 ccm $^1/_1$ Normal-Salzsäure, welche 0,365 g HCl enthalten, müssen 1,435 g $AgCl$ ergeben.

Normal-Schwefelsäure.

1 l enthält $\frac{98}{2} = 49$ g H_2SO_4.

Zur Herstellung der Normal-Schwefelsäure verdünnt man ca. 52 g konzentrierte Schwefelsäure zu einem Liter. Das Verdünnen der Schwefelsäure hat in der Weise zu erfolgen, dafs man den Kolben zunächst halb mit Wasser füllt und darauf die abgewogene Menge Säure in langsamem Strahle unter Umschütteln hinzugiefst. Nun läfst man erkalten, füllt zur Marke auf und mischt durch anhaltendes kräftiges Umschütteln.

Die genaue Einstellung erfolgt in genau derselben Weise, wie sie vorher bei der Normal-Salzsäure beschrieben wurde.

Ist die Säure so weit eingestellt, dafs 47,15 ccm derselben genau 2,5 g Natriumkarbonat entsprechen, so kontrolliert man sie noch weiter durch eine direkte Schwefelsäurebestimmung mit Chlorbaryum.

10 ccm $^1/_1$ Normal-Schwefelsäure, welche 0,49 g H_2SO_4 enthalten, müssen 1,1663 g $BaSO_4$ ergeben.

Normal-Oxalsäure.

1 l enthält 63,0 g reiner $C_2O_4H_2 + 2H_2O$.

Der Oxalsäure wurde von Mohr die Rolle einer „Ursubstanz" zuerteilt. Heutzutage hat sie jedoch viel von ihrer Bedeutung verloren. Für die Alkalimetrie ist sie ganz überflüssig geworden und ist bei Verwendung von Methylorange gar nicht anwendbar.[1]) Da sie jedoch noch

[1]) Siehe Lunge, Chemisch-Technische Unters. I, 88; Küster, Zeitschr. f. anorg. Chemie 18, 127; Lunge, Zeitschr. f. angew. Chemie 1897, 41.

vielfach aus Bequemlichkeitsrücksichten zum Einstellen von Normallaugen angewandt wird und in der Wasseranalyse bei der Bestimmung der organischen Substanzen verwendet wird, so mufs die Herstellung der Normal-Säure hier beschrieben werden.

Die Oxalsäure bietet als Hauptschwierigkeit die Erlangung des richtigen Wassergehaltes dar, eine Schwierigkeit, welche auch nicht dadurch beseitigt werden kann, dafs man die wasserfreie Säure verwendet, da diese äufserst hygroskopisch ist.

Reine Oxalsäure stellt man sich am besten nach der Vorschrift von Clemens Winkler folgendermafsen her:

Man löst $^1/_2$ kg käufliche Oxalsäure in gleichem Gewicht siedender Salzsäure von 1,07 spezifischem Gewicht, stellt die dazu gebrauchte Porzellanschale in Eiswasser, läfst unter beständigem Umrühren auskristallisieren, bringt das Kristallmehl in einen mit Glaswolle verstopften Trichter, läfst abtropfen und deckt mehrmals mit Salzsäure nach. Dann löst man wieder in reiner siedender Salzsäure, kühlt abermals unter Umrühren ab, deckt das abgetropfte Kristallmehl mit wenig kaltem Wasser und löst zum dritten Male, diesmal in der eben ausreichenden Menge siedenden Wassers. Das wie oben erhaltene Kristallmehl wird wieder gedeckt und noch zwei- bis dreimal derselben Behandlung unterworfen. Das Endprodukt überläfst man in einem kühlen Raume auf einer mehrmals gewechselten Unterlage der Trocknung. Es ist frei von Chlor und mineralischem Rückstand, ist aber noch nicht frei von Flüssigkeitseinschlüssen und mufs deshalb vor der Anwendung entwässert werden. Dies geschieht am besten durch 5—6 stündiges Trocknen bei 60° (bei 100° verflüchtigt sich ziemlich viel Oxalsäure). Die trockene Oxalsäure, deren Formel nun $C_2O_4H_2$ ist, mufs natürlich in dichtschliefsenden Gläsern aufbewahrt werden; will man sie zur Titerstellung verwenden, so beschickt man mehrere Wägegläschen mit je etwa 0,2 g, trocknet nochmals im Luftbade bei 60—80° C., läfst verschlossen erkalten und nimmt dann erst die genaue Wägung vor.

Die Normal-Oxalsäure stellt man sich her, indem man 63,0 g der reinen $C_2O_4H_2 + H_2O$ oder 45 g der wasserfreien Säure $C_2O_4H_2$ genau abwiegt und zu einem Liter auflöst.

Da die Oxalsäurelösungen sich allmählich auch bei der Aufbewahrung im Dunkeln zersetzen, so mufs die Lösung öfters nachgeprüft werden. Verdünntere Lösungen, besonders $^1/_{100}$ Normallösung, müssen stets frisch bereitet werden.

---

b) Normallaugen.

Natronlauge.

1 l enthält 40 g $NaOH$.

Zur Herstellung der Normalnatronlauge löst man 50 g reinstes Ätznatron zu einem Liter auf und stellt die so erhaltene Lauge gegen irgend eine Normalsäure ein, unter Anwendung von Methylorange als Indikator. Dies geschieht so, dafs man z. B. 30 ccm der zuerst erhaltenen Lauge mit 2 Tropfen Methylorangelösung versetzt und dann aus einer Bürette langsam die betreffende Normalsäure unter Umrühren hinzufliefsen läfst; da man jedenfalls mehr als 30 ccm Säure zur Neutralisation brauchen wird, so berechnet man nach der bei der Normalsalzsäure angegebenen Formel $x = \frac{100 b}{a}$ die Anzahl Kubikzentimeter, welche mit Wasser zu einem Liter verdünnt werden müssen, um eine wirkliche Normallauge zu erhalten.

Hat man die berechnete Verdünnung ausgeführt, so titriert man eine neue Probe der Lauge gegen Normalsäure, um sicher zu sein, dafs die Lauge die erforderliche Stärke hat.

Eine wirklich kohlensäurefreie Natronlauge, bei welcher ohne weiteres Lackmus und Phenolphtaleïn als Indikatoren angewendet werden können, stellt man sich folgermafsen her: Man löst zu dem Zwecke 850 g oder auch die doppelte Menge 1700 g Natriumhydroxyd, um einen gröfseren Vorrat zu haben, in 10 l destilliertem Wasser und setzt so lange Kalkwasser hinzu, bis bei neuem Zusatz keine Fällung oder Trübung mehr eintritt.

Viel besser als die Behandlung mit Kalkwasser zur Darstellung einer kohlensäurefreien Natronlauge ist das von K. Müller-Hildesheim angewendete Verfahren, nämlich Zusatz von Barytwasser im Überschufs und nachher Zusatz von Natriumsulfat, um den Überschufs an Ätzbaryt wieder auszufällen. Die überstehende Lauge darf mit Schwefelsäure keinen Niederschlag mehr geben.

Die auf die eine oder die andere Weise hergestellte Lösung bewahrt man vor Kohlensäurezutritt geschützt auf. Will man aus dieser stärkeren Lösung die Normallösung herstellen, so verdünnt man einen Teil davon mit kohlensäurefreiem Wasser, so dafs man eine etwas stärkere Lösung als die Normallösung erhält, und stellt dann gegen irgend eine Normalsäure genau ein.

Bei der Aufbewahrung der Normallauge ist darauf zu achten, dafs zum Verschlufs der Flasche kein Glaskork, sondern ein Gummistopfen benutzt wird.

Kalilauge.

1 l enthält 56 g im Liter.

Zur Herstellung benutzt man reinstes Kalihydrat und verfährt wie bei „Natronlauge“ angegeben.

Barytwasser.

Empirische Lösung.

Man bereitet sich eine annähernd gesättigte Lösung, indem man auf je 1 l Wasser 35 g Barythydrat, eventuell unter Zusatz von 5 g Chlorbaryum, also auf 10 l 350—400 g abwägt, längere Zeit digeriert und vor Kohlensäure geschützt filtriert. Stutzer[1]) filtriert die Barytlösung folgendermafsen: „Die zum Aufbewahren der Titerflüssigkeit dienende Flasche wird mit stark verdünnter Salzsäure ausgespült, auf den Boden der Flasche eine fingerdicke Schicht Petroleum gegossen, dann in den Hals ein Glastrichter gesetzt, dessen Rohr bis zur Petroleumschicht verlängert ist; in den Trichter wird ein an den Wänden dicht anliegendes glattes Filter gebracht, in welches nach dem Anfeuchten mit destilliertem Wasser ebenfalls etwas Petroleum gegossen wird. Die Flasche mit dem zu filtrierenden Barytwasser setzt man höher als die den Trichter tragende und bringt aus der ersteren mittelst eines Hebers, an welchem man durch einen Schraubenhahn den Zuflufs regulieren kann, das Barytwasser aufs Filter. Die filtrierte Flüssigkeit wird, ohne sie viel mit Luft in Berührung zu bringen, geschüttelt, indem man sie in starke rotierende Bewegung versetzt.“

Die so erhaltene Barytlauge stellt man gegen eine Säure ein, doch ist es gut, den Titer öfters von neuem zu kontrollieren und die Lauge so zu gebrauchen, wie sie ist. Bei der Berechnung ist dann stets auf ihren Wirkungswert Rücksicht zu nehmen.

—

Verdünntere Lösungen als die $^1/_1$ Normallösungen stellt man sich aus den Normallösungen durch Verdünnung her, und zwar verdünnt man,

um $^1/_2$ Normallösung zu erhalten: 500 ccm $^1/_1$ Normallösung zu 1 l,
„ $^1/_5$ „ „ „ 200 „ $^1/_1$ „ „ 1 l,
„ $^1/_{10}$ „ „ „ 100 „ $^1/_1$ „ „ 1 l.

[1]) Lunge, Chem.-Techn. Unters. I, 93. Privatmitteilung Stutzer's an Dr. Böckmann.

1 ccm einer *Normalsäure* in der Stärke von $^1/_1$, $^1/_2$, $^1/_5$ und $^1/_{10}$ normal entspricht Gramm:

Gesuchte Substanz:	$^1/_1$	$^1/_2$	$^1/_5$	$^1/_{10}$
Kalihydrat	0,0560	0,0280	0,0112	0,0056
Kaliumoxyd	0,0470	0,0235	0,0094	0,0047
Kaliumkarbonat	0,0690	0,0345	0,0138	0,0069
Natriumhydrat	0,0400	0,0200	0,0080	0,0040
Natriumoxyd	0,0310	0,0155	0,0062	0,0031
Natriumkarbonat	0,0530	0,0265	0,0106	0,0053
Baryumhydrat	0,0855	0,0427	0,0171	0,00855
Baryumkarbonat	0,0985	0,0492	0,0197	0,00985
Strontiumhydrat	0,0608	0,0304	0,01226	0,00608
Strontiumkarbonat	0,0738	0,0369	0,01476	0,00738
Kalziumhydrat	0,0370	0,0185	0,0074	0,0037
Kalziumoxyd	0,0280	0,0140	0,0056	0,0028
Kalziumkarbonat	0,0500	0,0250	0,0100	0,0050
Ammoniak	0,0170	0,0085	0,0034	0,0017
Stickstoff	0,0140	0,0070	0,0028	0,0014

1 ccm einer *Normallauge* in der Stärke von $^1/_1$, $^1/_2$, $^1/_5$ und $^1/_{10}$ normal entspricht Gramm:

Gesuchte Substanz:	$^1/_1$	$^1/_2$	$^1/_5$	$^1/_{10}$
Salzsäure	0,0365	0,01825	0,0073	0,00365
Schwefelsäureanhydrid, $\frac{SO_3}{2}$ . .	0,0400	0,0200	0,0080	0,0040
Schwefelsäure	0,0490	0,0245	0,0098	0,0049
Salpetersäureanhydrid, $\frac{N_2O_5}{2}$ . .	0,0540	0,0270	0,0108	0,0054
Salpetersäure	0,0631	0,0315	0,0126	0,0063
Oxalsäure, $\frac{C_2O_4H_2}{2}$	0,0450	0,0225	0,0090	0,0045
Oxalsäure, $\frac{C_2O_4H_2 + 2H_2O}{2}$ . .	0,0630	0,0315	0,0126	0,0063
Phosphorsäure (Phenolphtaleïn) .	0.0490	0,0245	0,0098	0,0049
Phosphorsäureanhydrid (Methylorange)	0,0710	0,0355	0,0142	0,0071
Zitronensäure, $\frac{C_6H_8O_7}{3}$	0,0640	0,0320	0,0128	0,0064
Weinsäure, $\frac{C_4H_6O_6}{2}$	0,0750	0,0375	0,0150	0,0075
Essigsäure	0,0600	0,0300	0,0120	0,0060

$^1/_{10}$ Normal-Silberlösung.

1 l enthält 10,8, genauer 10,7934 g Silber oder 16,955 g Silbernitrat.

Die $^1/_{10}$ Normal-Silberlösung kann entweder durch Auflösen von metallischem Silber oder auch durch direkte Anwendung von salpetersaurem Silber hergestellt werden.

Will man reines Silber verwenden, so wägt man 10,8 g auf das genaueste ab, indem man sich, um kleine Gewichtsdifferenzen beim Abwägen von gröfseren Silberkörnern zu heben, mit einer reinen, guten Feile oder auch mit einer mit Stahlschneiden versehenen Kneifzange beliebig kleine Anteilchen herstellt. Das so abgewogene Metall löst man in einem Literkolben in wenig reiner Salpetersäure, verjagt die salpetrige Säure vollständig, welches durch Einblasen von Luft rasch bewirkt wird, und füllt nach dem Erkalten mit Wasser zur Marke auf.

Bei der Anwendung von salpetersaurem Silber löst man 16,955 g reines, geschmolzenes Silbernitrat zu einem Liter.

Jeder Kubikzentimeter der $^1/_{10}$ Normal-Silberlösung entspricht

0,00354 g Chlor

oder 0,00584 „ Chlornatrium.

$^1/_{100}$ Kaliumpermanganatlösung (Chamäleonlösung).

0,32—0,34 g reines, kristallisiertes Kaliumpermanganat werden zu 1 l gelöst.

Die Titerstellung der $^1/_{100}$ Kaliumpermanganatlösung gegen Oxalsäure wird in folgender Weise ausgeführt:

In einen 300 ccm fassenden Erlenmeyer-Kolben bringt man 100 ccm destilliertes Wasser, fügt 5 ccm einer verdünnten Schwefelsäure hinzu, welche im Liter 500 ccm konzentrierte Schwefelsäure enthält, und erhitzt zum Kochen. Hierauf setzt man aus einer Glashahnbürette 3 bis 4 ccm der Kaliumpermanganatlösung hinzu, erhält genau 10 Minuten im Kochen und läfst dann in die heifse Flüssigkeit genau 10 ccm $^1/_{100}$ Normal-Oxalsäurelösung fliefsen. Hierbei entfärbt sich die Flüssigkeit sofort. Nun titriert man wieder mit der Kaliumpermanganatlösung, und zwar so lange, bis die überschüssige Oxalsäure völlig zersetzt ist. Das Ende der Reaktion erkennt man an einer bleibenden, ganz schwachen Rosafärbung des Wassers.

Die Summe der verbrauchten Kubikzentimeter Kaliumpermanganatlösung zeigt an, wieviel von derselben erforderlich ist, um 10 ccm der $^1/_{100}$ Normaloxalsäure zu oxydieren.

Hierzu ist gerade 1 mg Sauerstoff erforderlich. Sind also z. B. 9,75 ccm Kaliumpermanganatlösung verbraucht worden, so entspricht 1 ccm der Lösung $\frac{1}{9,75} = 1,025$ mg Sauerstoff.

Kaliumpermanganatlösung zur Eisenbestimmung.

Titerstellung mit metallischem Eisen. Bester, weicher Blumendraht wird wiederholt durch Schmirgelpapier und darauf durch Schreibpapier gezogen. Dieser Draht ist zwar auch nicht reines Eisen, doch kann man den Eisengehalt desselben ziemlich sicher zu 99,8 Prozent annehmen. Von diesem Drahte wägt man ungefähr 0,25 g genau ab und stellt hiermit den Titer einer $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung gegen Eisen fest. Das Drahtstück mufs bis auf 0,0001 g genau ausgewogen werden.

Der gewogene Eisendraht wird in einen mit einem zweimal rechtwinklig gebogenen Glasrohre versehenen Kolben gebracht. Der abwärts gebogene Teil des Rohres taucht in ein Becherglas, welches mit verdünnter Natriumbikarbonatlösung gefüllt ist. Hierauf gibt man verdünnte Schwefelsäure in den Kolben und löst das Eisen durch gelindes Erwärmen. Ist alles gelöst, so entfernt man die Flamme, worauf die Natriumbikarbonatlösung in den Kolben tritt, die warme Eisenlösung abkühlt und gleichzeitig durch die sich entwickelnde Kohlensäure den Abschlufs der Luft bewirkt.

Nach dem Erkalten titriert man mit der betreffenden Chamäleonlösung bis zur bleibenden Rotfärbung. Aus den verbrauchten Kubikzentimetern Kaliumpermanganat berechnet man dann, wieviel metallischem Eisen 1 ccm der Chamäleonlösung entspricht.

Seifenlösung für Härtebestimmung des Wassers.

150 g Bleipflaster (fettsaures Blei) werden auf dem Wasserbade erweicht und mit 40 g Kaliumkarbonat zu einer völlig gleichförmigen Masse zerrieben. Sodann zieht man das entstandene fettsaure Kalium mit starkem Alkohol aus, läfst absitzen, dekantiert, destilliert den Alkohol ab und trocknet die Seife im Wasserbade; 20 g dieser Seife werden dann in 1 l verdünntem Alkohol von 56 Volumprozenten (spez. Gewicht 0,921) gelöst.

Zur Einstellung der Seifenlösung bedient man sich einer Lösung von Baryumnitrat, die derart hergestellt ist, dafs 100 ccm derselben genau 12 Härtegraden entsprechen, d. h. eine 12 mg Kalk äquivalente Menge

des Salzes enthalten. Mol.-Gew. $CaO = 56$, Mol.-Gew. $Ba(NO_3)_2 = 261$; somit entspricht 1 Teil CaO $\frac{261}{56} = 4{,}661$ Teilen $Ba(NO_3)_2$. Wenn man also 55,93 mg $Ba(NO_3)_2$ in 100 ccm (oder 559 mg in 1 l) destilliertem Wasser auflöst, so wird sich in diesen 100 ccm eine 12 mg CaO äquivalente Menge des Baryumsalzes vorfinden. Man löst also 0,559 g reines, trockenes Baryumnitrat zu 1 l Wasser.

Die Titerstellung selbst erfolgt in der Weise, dafs man 100 ccm der Baryumnitratlösung in ein etwa 250 ccm fassendes Stöpselglas bringt und aus einer Bürette langsam mit Unterbrechungen die Seifenlösung einfliefsen läfst. Nach jedesmaligem Zusatz schüttelt man die Flasche kräftig einige Male in der Richtung ihrer Längsachse. Das Ende der Reaktion ersieht man daran, dafs auf der Oberfläche ein etwa 1 cm hoher, feinblasiger Schaum stehen bleibt und sich mindestens 5 Minuten darauf erhält.

Die Seifenlösung wird dann so verdünnt, dafs hierzu gerade 45 ccm erforderlich sind.

Bereitung und Prüfung der Reagentien.[1])

Äther ($C_2H_5O.C_2H_5$).

Klare, farblose, leichtbewegliche, eigentümlich riechende und schmeckende Flüssigkeit. Siedepunkt 35°. Spezifisches Gewicht 0,720. Bestes Filtrierpapier, welches mit Äther getränkt wurde, soll nach dem Verdunsten des Äthers nicht mehr riechen.

Läfst man 5 ccm Äther in einer Glasschale bei gewöhnlicher Temperatur verdunsten, so hinterbleibt ein feuchter Beschlag, welcher blaues Lackmuspapier nicht röten soll.

In erbsengrofse Stücke zerstofsenes Kaliumhydroxyd soll sich, wenn es nach dem Zerkleinern in einer verschlossenen Flasche sogleich mit Äther übergossen und die Mischung vor Licht geschützt wird, innerhalb einer halben Stunde nicht gelblich färben.

10 ccm Äther sollen, mit 1 ccm Kaliumjodidlösung in einem völlig gefüllten, geschlossenen Glasstöpselglase häufig geschüttelt und vor Licht geschützt, innerhalb einer Stunde eine Färbung nicht annehmen.

Ätznatron ($NaOH$).

Man verwendet am besten das „Natrum causticum alkohole depuratum“ des Handels. Die durch Essigsäure übersättigte Lösung darf durch Ammoniumoxalat (Kalk) und durch Schwefelwasserstoff (Blei, Zink, Zinn) nicht verändert werden.

Die mit Salzsäure übersättigte Lösung darf, in kochendem Zustande mit Chlorbaryumlösung versetzt, auch nach mehreren Stunden keine Fällung zeigen (Schwefelsäure). Salpetersaures Silber darf in der mit Salpeter-

[1]) Die Vorschriften für die Prüfung der Reagentien sind zum gröfsten Teile entnommen aus dem „Handkommentar zum Arzneibuch für das Deutsche Reich“ von Schneider & Süfs, Göttingen 1902.

säure übersättigten Lösung keinen Niederschlag, höchstens eine äufserst schwache Trübung zeigen (Chlor). 30 g festes Ätznatron sollen, zu 100 ccm wässeriger Lösung gelöst, keinen Rückstand (Kieselsäure) hinterlassen und soll die Lösung das spezifische Gewicht 1,340 zeigen.

Ätzkali (KOH).

Wird ebenso geprüft wie Ätznatron. Man benutzt auch am besten das mit Alkohol gereinigte Präparat.

Alkohol, Weingeist ($C_2H_5 . OH$).

Der absolute Alkohol des Handels enthält meistens 99,5 Volumprozente Alkohol; das spezifische Gewicht beträgt durchschnittlich 0,796: der Siedepunkt liegt bei 78,5°. Weingeist, spezifisches Gewicht 0,830 bis 0,834, enthält 91,2—90 Volumprozente Alkohol.

Der Alkohol soll nicht fremdartig riechen und sich mit Wasser ohne Trübung mischen.

10 ccm Alkohol sollen sich nach dem Zusatze von 5 Tropfen Silbernitratlösung selbst beim Erwärmen weder trüben noch färben.

Eine bis auf 1 ccm verdunstete Mischung aus 10 ccm Weingeist und 0,2 ccm Kalilauge soll nach dem Übersättigen mit verdünnter Schwefelsäure nicht nach Fuselöl riechen.

5 ccm Schwefelsäure in einem Probierrohre vorsichtig mit 5 ccm Weingeist überschichtet, sollen auch bei längerem Stehen an der Berührungsfläche eine rosenrote Zone nicht bilden.

Die rote Farbe einer Mischung aus 10 ccm Weingeist und 1 ccm Kaliumpermanganatlösung soll nicht vor Ablauf von 20 Minuten in Gelb übergehen.

Weingeist soll weder durch Schwefelwasserstoffwasser noch durch Ammoniakflüssigkeit gefärbt werden.

5 ccm Weingeist sollen nach dem Verdunsten im Wasserbade einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen.

Ammoniak (NH_3).

Die Ammoniakflüssigkeit des Handels, spezifisches Gewicht 0,91 bis 0,925, mufs farblos und klar sein. Beim Verdunsten sollen 10 ccm keinen Rückstand hinterlassen. Durch Zusatz von Schwefelammonium darf keine Veränderung eintreten (Eisen, Kupfer), ebenso darf auf Zusatz von Kalkwasser keine Trübung auftreten (Kohlensäure). Salpetersäure im Überschufs darf keine Färbung hervorrufen (Pyridin). Salpetersaures Silber soll keine Trübung eintreten lassen (Chlor).

Ammoniumkarbonatlösung.

1 Teil Ammoniumkarbonat ist in einer Mischung aus 3 Teilen Wasser und 1 Teil Ammoniakflüssigkeit zu lösen. Zur Bereitung der Lösung wird das Ammoniumkarbonat im Porzellanmörser zerklopft, die durchaus kristallinischen Stücke werden abgewogen und in das Gefäfs geschüttet, worauf die vorgeschriebenen Lösungsmittel hinzugefügt werden. Das Lösen wird durch öfteres Umschütteln des Gefäfses beschleunigt. Die Ammoniumkarbonatlösung soll immer möglichst frisch zur Anwendung kommen.

Ammoniumchloridlösung.

1 Teil Ammoniumchlorid ist in 9 Teilen Wasser zu lösen.

Um das Auskristallisieren des Ammoniumchlorides am Stöpsel und am Halse des Gefäfses zu vermeiden, werden diese Stellen mit einer dünnen Schicht Vaselin bestrichen.

Ammoniumzitratlösung.

1. *Zur Bestimmung der wasserlöslichen Phosphorsäure (Zitratmethode).* 110 g reinste Zitronensäure werden in Wasser gelöst, mit 400 ccm 24prozentigem Ammoniak versetzt und auf 1 l aufgefüllt.

2. *Zitratlösliche Phosphorsäure (Petermann'sche Zitratlösung).* Einer Lösung von zitronensaurem Ammoniak vom spezifischen Gewicht 1,09 werden pro Liter 50 ccm einer 10prozentigen Ammoniaklösung zugesetzt. — Zur Herstellung einer Lösung von zitronensaurem Ammoniak vom spezifischen Gewicht 1,09 löst man ca. 400 g Zitronensäure in Wasser, neutralisiert mit Ammoniak, füllt zu 2 l auf und korrigiert dann die Lösung nach dem spezifischen Gewicht.

Ammoniumnitratlösung.

Das Ammoniumnitrat (NH_4NH_3) soll, auf dem Platinbleche erhitzt, verdampfen, ohne einen Rückstand zu hinterlassen. Die Lösung desselben darf sich weder mit Magnesiamischung und Ammoniak, sowie auf Zusatz von Chlorbaryum trüben (Phosphorsäure, Schwefelsäure).

Ammoniumoxalatlösung.

1 Teil Ammoniumoxalat $[C_2O_4(NH_4)_2 + H_2O]$ wird in 24 Teilen Wasser gelöst. 1 g des Salzes darf, auf Platinblech erhitzt, keinen sichtbaren Rückstand hinterlassen. Wird die Lösung zum Sieden erhitzt und heifs mit etwas Baryumnitratlösung und Salzsäure versetzt, so mufs die Mischung 12 Stunden lang klar bleiben, das Salz also frei von Schwefelsäure sein.

Ammoniumrhodanidlösung.

1 Teil Ammoniumrhodanid $[(NH_4)CNS]$ werden in 20 Teilen Wasser gelöst. 2 g in einer Platinschale verdampft, sollen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen. 1 g mufs sich klar in 10 ccm absolutem Alkohol lösen. Die Lösung darf auf Zusatz von Baryumnitrat innerhalb 5 Minuten keine Veränderung zeigen (Schwefelsäure).

Barytwasser.

1 Teil Ätzbaryt $[Ba(OH)_2 + 8\ H_2O]$ ist in 19 Teilen Wasser zu lösen. Die Lösung wird schnell unter den auf S. 518 angegebenen Vor-

sichtsmafsregeln filtriert und unter Petroleum aufbewahrt. Die Lösung darf nicht verändert werden durch Silbernitrat (Chorid), nach Zusatz von Salzsäure durch Schwefelwasserstoff (Metalle, besonders Blei), Ammoniak und Schwefelammon (Metalle). Werden 20 ccm der Lösung heifs mit Schwefelsäure ausgefällt und nach 12 Stunden filtriert, so darf das Filtrat, in einer Platinschale zur Trockne verdampft, keinen sichtbaren Rückstand hinterlassen (Alkalien).

Bleiessig $[2Pb(C_2H_4O_2)_2 + Pb(OH)_2]$.

600 g Bleizucker und 200 g Bleiglätte übergiefst man mit 2 l Wasser. Nach 12stündigem Stehen an einem warmen Orte unter bisweiligem Umschütteln filtriert man und hebt das Filtrat in gut verschlossenen Flaschen auf.

Der Bleiessig soll stark alkalisch reagieren und ein spezifisches Gewicht von 1,20—1,25 (bei 17,5° C.) besitzen. Es entspricht dies ungefähr 20 Prozent Bleioxyd.

Bleipapier.

Schmale Streifen von Filtrierpapier werden mit einer Lösung von essigsaurem Blei (1 : 10) getränkt und an einem vor Schwefelwasserstoff geschützten Orte getrocknet. Das Bleipapier mufs in gut schliefsenden Flaschen aufbewahrt werden.

Bromlauge.

In eine gut abgekühlte Lauge von 100 g reinem Ätznatron in 1250 ccm Wasser giefst man 25 ccm Brom, löst letzteres durch kräftiges Schütteln und läfst dann gut abkühlen. Die Bromlauge mufs in gut schliefsenden Flaschen, vor Licht geschützt, aufbewahrt werden; sie ist eine stark alkalische, gelb gefärbte Auflösung von Bromnatrium und unterbromigsaurem Natrium.

Wegen der *grofsen Gefahr,* welche das *Einatmen von Bromdämpfen* bedingt, ist ein äufserst vorsichtiges Umgehen mit Brom und Bromwasser usw. ratsam. Bromdämpfe reizen die Schleimhäute der

Atmungsorgane und Augen heftig. Als *Gegenmittel* nach Einatmung von Bromdämpfen wird empfohlen: vorsichtiges Riechen an *sehr verdünnter* Ammoniakflüssigkeit (direkt an dem Standgefäfs von Ammoniakflüssigkeit zu riechen, ist ernstlich zu widerraten!), Riechen an Spiritus, Ätherweingeist, Trinken von Schnaps.

Bromwasser.

Brom löst sich in 30 Teilen Wasser; eine jederzeit gesättigte Lösung erhält man, wenn man Brom mit weniger Wasser (nur 20—25 Teilen) übergiefst, so dafs noch ungelöstes Brom in der Flasche vorhanden ist.

Chlorbaryumlösung.

1 Teil Chlorbaryum $[BaCl_2 + 2H_2O]$ werden in 20 Teilen Wasser gelöst. Die wässerige Lösung soll durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden und soll neutral reagieren.

25 ccm der wässerigen Lösung werden in der Siedehitze durch Zusatz von verdünnter Schwefelsäure vom Baryum befreit und filtriert; das erhaltene Filtrat soll nach dem Verdunsten und schwachen Glühen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen.

Zitronensäure-Lösung.

1. *Konzentrierte Lösung*. Genau 1 kg chemisch reine, kristallisierte, unverwitterte Zitronensäure wird in Wasser gelöst und die Lösung auf genau 10 l verdünnt. Dieser Lösung werden 5 g Salizylsäure beigefügt.

2. *Verdünnte Zitronensäurelösung*. Genau 1 Volumteil konzentrierte Zitronensäurelösung (1) wird mit 4 Volumteilen Wasser verdünnt.

Cochenille-Tinktur.

6 g gepulverte, gute Cochenille werden mit $^1/_2$ l eines Gemenges von 300 ccm destilliertem Wasser und 200 ccm Alkohol bei gewöhnlicher

Temperatur einige Stunden unter häufigem Umschütteln digeriert und sodann durch Filtrierpapier filtriert. Die Lösung hält sich in verschlossenen Flaschen sehr gut.

Mit Säuren gibt sie gelbrote, mit Alkalien violett-karminrote Färbung.

Anwesenheit von Kohlensäure in der zu titrierenden Flüssigkeit wirkt nicht so störend als bei Lackmus. Bei Anwesenheit von essigsauren Salzen, von Eisen- und Tonerdesalzen ist jedoch dieselbe nicht zu verwenden.

Eisenchlorürlösung.

Zur Stickstoffbestimmung nach Schösing-Grandeau-Wagner. Die Eisenchlorürlösung soll 200 g Eisen im Liter enthalten. Zur Herstellung derselben löst man 200 g kleine schmiedeeiserne Nägel in der Wärme nach und nach in reiner Salzsäure. Es werden hierzu 800—900 ccm Säure verbraucht. Nach dem Abkühlen füllt man mit Wasser zu 1 l auf und filtriert durch ein trockenes Faltenfilter. Da sich die fertige Lösung leicht an der Luft oxydiert, so hebt man sie in kleinen, gut verschlossenen Flaschen auf.

Essigsäure ($CH_3 . COOH$).

100 Teile enthalten mindestens 96 Teile reine Säure. Spezifisches Gewicht höchstens 1,064. Siedepunkt 117—118°.

Eine Mischung aus 1 ccm Essigsäure und 3 ccm Zinnchlorürlösung soll im Laufe einer Stunde eine dunklere Färbung nicht annehmen.

Die mit Wasser verdünnte Essigsäure (1 : 20) soll weder durch Baryumnitrat-, noch durch Silbernitrat-, noch durch Schwefelwasserstoffwasser verändert werden.

Es ist nicht empfehlenswert, die Gefäfse mit Essigsäure in zu grofse Nähe von Ammoniakflaschen zu setzen, weil erstere sonst fortwährend einen schmierigen Anflug von Ammoniumacetat aufweisen.

Fehling'sche Kupferlösung.

a) *Kupfersulfat, Kupfervitriol* [$CuSO_4 + 5 H_2O$]. Man kristallisiert das reine käufliche Kupfersulfat unter Zusatz von einigen Tropfen Salpetersäure zur Oxydation des vorhandenen Eisensalzes um und sorgt durch öfteres Rühren der kristallisierenden Flüssigkeit dafür, dafs man

ein grobes Kristallmehl, keine grofsen Kristalle, die leicht Mutterlauge einschliefsen, erhält. Die Kristalle werden vermittelst der Saugpumpe abfiltriert, kurze Zeit, etwa eine Stunde, auf Fliefspapier getrocknet und lieber noch etwas feucht als bereits verwitternd in eine gut verschliefsbare Flasche gefüllt.

b) *Seignettesalz, Kaliumnatriumtartrat*

$$\begin{matrix} CH(OH)-COOK \\ | \\ CH(OH)-COONa \end{matrix} + 4\,H_2O.$$

Wird 1 g Seignettesalz in 10 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit 5 ccm verdünnter Essigsäure geschüttelt, so scheidet sich ein Kristallmehl aus: die durch Abgiefsen vom Niederschlage getrennte und mit gleichen Teilen Wasser verdünnte Flüssigkeit soll durch 8 Tropfen Ammoniumoxalatlösung innerhalb einer Minute nicht verändert werden.

Die wässerige Lösung (1 : 20) soll durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden. Dieselbe Lösung darf, nach Zusatz von Salpetersäure und Entfernung des ausgeschiedenen Kristallmehles, durch Baryumnitratlösung nicht verändert, durch Silbernitratlösung höchstens opalisierend getrübt werden.

Kaliumnatriumtartrat soll beim Erwärmen mit Natronlauge Ammoniak nicht entwickeln.

c) *Natriumhydroxyd* siehe S. 523.

FI (*blau*). 34,639 g frisch umkristallisiertes Kupfervitriol werden mit Wasser zu 500 ccm gelöst. Die Lösung wird filtriert.

FII (*weifs*). 173 g kristallisiertes Seignettesalz werden in 400 ccm Wasser gelöst und dazu 100 ccm einer Natriumlauge gefügt, welche durch Auflösen von 500 g Natriumhydrat zu einem Liter erhalten ist.

Zum Gebrauch werden 25 ccm beider Lösungen gemischt.

Ferrocyankaliumlösung.

Ferrocyankalium, gelbes Blutlaugensalz $[K_4Fe(CN)_6 + 3\,H_2O]$. 1 Teil in 19 Teilen Wasser zu lösen. Mit Salpetersäure darf das Salz nicht aufbrausen (Kohlensäure), noch darf die Lösung nach dem Ansäuern mit Salpetersäure durch Baryumnitrat weifs gefällt werden (Schwefelsäure).

Gipswasser.

Das im Handel als Calcium sulfuricum praecipitatum käufliche Präparat $[CaSO_4 + 2\,H_2O]$, ein weifses Pulver, wird mit etwa 200 Teilen

Wasser übergossen und öfter umgeschüttelt; das ungelöste Kalziumsulfat kann im Gefäfs bleiben, wo es sich rasch absetzt. An Stelle des gefällten schwefelsauren Kalziums kann auch das Mineral *Marienglas* Verwendung finden; man zerreibt dasselbe in einem Porzellanmörser fein und schüttet es in das Gefäfs.

Jodkalium (*KJ*).

Beim Erhitzen am Platindrahte soll Jodkalium die Flamme von Beginn an violett färben.

Die wässerige Lösung (1 : 2) soll weder durch Schwefelwasserstoffwasser, noch durch Baryumnitratlösung verändert werden, noch mit 1 Körnchen Ferrosulfat und 1 Tropfen Eisenchloridlösung nach Zusatz von Natronlauge gelinde erwärmt, beim Übersättigen mit Salzsäure blau gefärbt werden.

Die mit ausgekochtem und wieder erkaltetem Wasser frisch bereitete Lösung (1 : 20) soll sich bei alsbaldigem Zusatze von Stärkelösung und verdünnter Schwefelsäure nicht sofort färben.

0,2 g Kaliumjodid werden in 2 ccm Ammoniakflüssigkeit gelöst, mit 13 ccm Zehntel-Normal-Silberlösung unter Umschütteln gemischt und filtriert. Das Filtrat soll nach dem Übersättigen mit Salpetersäure innerhalb 10 Minuten weder bis zur Undurchsichtigkeit getrübt noch dunkel gefärbt werden.

Jod-Zink-Stärkelösung.

	4 g	Weizenstärke	4
	20 g	Zinkchlorid	20
und	100 g	Wasser	100

werden unter Ersatz des verdampfenden Wassers gekocht, bis die Stärke fast vollständig gelöst ist. Dann wird der erkalteten Flüssigkeit die farblose filtrierte Zinkjodidlösung frisch bereitet durch Erwärmen von

	1 g	Zinkfeile	1
mit	2 g	Jod	2
und	10 g	Wasser	10

zugefügt, hierauf die Flüssigkeit zu 1 l verdünnt und filtriert.

Farblose, nur wenig opalisierende Flüssigkeit.

Durch das Kochen der Stärke mit dem Zinkchlorid und Wasser wird dieselbe in eine lösliche Form übergeführt; es sind dazu gewöhnlich 1 bis 2 Stunden erforderlich. Nach dem Erkalten wird der Stärkelösung die inzwischen bereitete Lösung des Zinkjodids (ZnJ_2) hinzugefügt. Längere Zeit aufbewahrtes Zinkjodid zu verwenden, ist nicht ratsam, da dieses immer infolge von Zersetzung gelb gefärbt ist (*freies Jod*); ein derartiges Präparat müfste man vor der Verwendung mit Wasser und Zinkstaub behandeln, um das freie Jod wieder zu binden.

Eine durch längere Aufbewahrung *verdorbene* (gebläute) Jod-Zink-Stärkelösung ist zu verwerfen.

Kalilauge.

1. *Für Geifsler's Kaliapparat.* 1 Teil Kalihydrat, 2 Teile Wasser.
2. *Für Orsat's Apparat.* 25 Teile Kalihydrat, 100 Teile Wasser.

Kalkwasser.

1 Teil gebrannter Kalk *(CaO)* wird mit 4 Teilen Wasser gelöscht. Der entstandene Brei wird in einem gut zu verschliefsendem Gefäfse unter Umschütteln mit 50 Teilen Wasser gemischt. Wenn die Mischung sich geklärt hat, giefst man die klare, wässerige Flüssigkeit fort, schüttelt den Bodensatz mit weiteren 50 Teilen Wasser mehrmals kräftig durch und läfst absitzen. Zum Gebrauche wird das Kalkwasser filtriert.

Kalkwasser ist klar, farblos und von stark alkalischer Reaktion. Zum Neutralisieren von 100 ccm Kalkwasser sollen nicht weniger als 4 und nicht mehr als 4,5 ccm Normal-Salzsäure erforderlich sein. Indikator Phenolphtaleïn.

Kalkwasser darf nach dem Übersättigen mit Salpetersäure weder mit Baryumsulfat noch mit Silbernitrat eine Reaktion geben, wodurch die Anwesenheit von Sulfaten (Gips) und Chloriden nachgewiesen wird.

Knochenkohle (extrahierte für Clerget's Polarisation).

Neue, fein gemahlene Knochenkohle wird mit Wasser und so viel Salzsäure übergossen, dafs noch viel überschüssige Säure vorhanden ist.

Darauf füllt man das Gemisch in einen sogen. Filtrierhut aus Filz und wäscht so lange aus, bis in dem Waschwasser kein Chlor mehr nachzuweisen ist. Hierauf läfst man an der Luft trocknen und glüht unter Luftabschlufs.

Kupferchlorürlösung (für Orsat's Apparat).

53 g Kupferchlorid und ca. 75 g Kupferspäne werden mit 300 ccm konzentrierter Salzsäure übergossen und in einer verschlossenen Flasche unter häufigem Umschütteln etwa einen Tag lang stehen gelassen. Die entstandene Kupferchlorürlösung wird mit 150 ccm Wasser verdünnt und in gut verschlossenen Flaschen aufbewahrt.

Lackmustinktur.

Siehe S. 507.

Lackmuspapier.

Siehe S. 508.

Neutral chromsaures Kali.

Zu den Zwecken der Mafsanalyse wird das käufliche neutrale chromsaure Kali mehrfach umkristallisiert und dann in 20 Teilen Wasser gelöst.

Alkalische Kaliumpermanganatlösung.

200 g Kalihydrat werden in 500 ccm Wasser gelöst, darauf 8 g Kaliumpermanganat hinzugefügt und zum Liter aufgefüllt.

Kurkumapapier.

10 g grob gepulvertes Kurkumarhizom werden mit 75 Teilen Weingeist 24 Stunden lang unter wiederholtem Umschwenken bei mäfsiger Wärme ausgezogen, der Auszug wird nach dem Absetzen filtriert.

Zur Herstellung des Kurkumapapieres verdünnt man 10 Teile obiger Tinktur mit 30 Teilen Weingeist und mit 40 Teilen Wasser, färbt mit dieser Flüssigkeit Streifen vom besten Schreibpapier und trocknet dieselben darauf, vor Licht geschützt, in einem ungeheitzten Raume. Kurkumapapier soll durch einen Tropfen einer Mischung aus 1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge und 25 ccm Wasser sofort gebräunt werden.

Ist das Schreibpapier, welches zur Herstellung des Kurkumapapieres dient, wie es oft der Fall ist, schwach sauer, so ist das fertige Präparat nicht empfindlich genug. Um das Schreibpapier zu entsäuern, wird dasselbe 1 Tag lang in eine Mischung von 1 Teil Ammoniakflüssigkeit und 100 Teilen Wasser gelegt, 1 Tag gewässert und dann auf Bindfäden an der Luft getrocknet. Das nach obiger Vorschrift bereitete Kurkumapapier wird nach dem Trocknen in Streifchen geschnitten und, vor Licht geschützt, in Blech- oder Glasgefäfsen aufbewahrt.

Alkalien, Alkalikarbonate und Ammoniak färben es braun; bei Ammoniak mufs das Papier erst angefeuchtet werden. Erforderliche Empfindlichkeit: Kaliumhydroxyd 1 : 5000.

Magnesia (gebrannte).

Gebrannte Magnesia, magnesia usta. Weifses, feines, leichtes, in Wasser fast unlösliches Pulver. Man erhitzt 0,2 g gebrannte Magnesia mit 10 ccm Wasser zum Sieden und filtriert nach dem Erkalten 5 ccm der überstehenden Flüssigkeit ab. Das Filtrat darf höchstens schwach alkalisch reagieren und nach dem Verdampfen nur einen sehr geringen Rückstand hinterlassen. Mit Salzsäure gemischt darf keine Kohlensäureentwicklung stattfinden, ebenso darf die entstehende salzsaure Lösung nicht mit Chlorbaryum reagieren.

Magnesiamixtur.

50 g kristallisiertes Chlormagnesium und 70 g Chlorammonium werden in Wasser gelöst, mit 350 ccm Ammoniak vom spezifischen Gewicht 0,97

versetzt und zu 1 l aufgefüllt. Nach einigen Tagen filtriert man die Flüssigkeit.

Molybdänlösung.

150 g molybdänsaures Ammonium werden mit Wasser zu 1 l Flüssigkeit gelöst und in 1 l Salpetersäure vom spezifischen Gewicht 1,2 gegossen. *Nicht umgekehrt!* Die Lösung läfst man einige Tage im Dunkeln an einem warmen Orte stehen und filtriert dieselbe sodann. Eine Probe der Lösung darf, auf höchstens 50° erwärmt, keine Ausscheidung geben.

Verdünnte Molybdänlösung. Zum Auswaschen des phosphorsäurehaltigen Niederschlages vermischt man gleiche Teile Molybdänlösung und Wasser.

Millons Reagens.

1 Teil Quecksilber wird in 2 Teilen Salpetersäure von 1,42 spezifischem Gewicht zuerst in der Kälte, zuletzt in der Wärme gelöst. Nach vollständiger Lösung fügt man auf 1 Volumen Lösung 2 Volumen Wasser zu, läfst einige Stunden absetzen und bewahrt die abgegossene klare Flüssigkeit in mit Glasstöpsel versehenen Fläschchen auf.

Natriumkarbonat.

Die Darstellung des reinsten Natriumkarbonates [Na_2CO_3] für die Zwecke der Mafsanalyse ist bereits S. 514 beschrieben.

Die wässerige Lösung des Natriumkarbonates (1 : 20) soll durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; mit Essigsäure übersättigt, soll sie weder durch Schwefelwasserstoffwasser noch durch Baryumnitratlösung verändert werden. Durch Silbernitratlösung darf sie, nach Zusatz von Salpetersäure im Überschusse, binnen 10 Minuten höchstens weifs opalisierend getrübt werden.

Beim Erwärmen mit Natronlauge soll Natriumkarbonat Ammoniak nicht entwickeln.

Natriumkarbonatlösung.

30 Teile reiner kristallisierter Soda werden zu 100 Teilen Wasser gelöst.

Natriumphosphatlösung.

1 Teil Natriumphosphat $[Na_2HPO_4 + 12\,H_2O]$ wird in 19 Teilen Wasser gelöst.

Eine Mischung aus 1 g vorher entwässertem und zerriebenem Natriumphosphat und 3 ccm Zinnchlorürlösung soll im Laufe einer Stunde eine dunklere Färbung nicht annehmen.

Die wässerige Lösung (1 : 20) soll durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; mit Salpetersäure angesäuert, darf sie nicht aufbrausen und alsdann durch Baryumnitrat- oder Silbernitratlösung nach 3 Minuten nicht mehr als opalisierend getrübt werden.

Natriumnitritlösung.

1,815 g Natriumnitrit werden zu 1 l gelöst; es entspricht dann jeder Kubikzentimeter 1 mg N_2O_3. Zum Gebrauche verdünnt man 10 ccm der Lösung auf 1 l, von dieser Lösung entsprechen 100 ccm = 1 mg N_2O_3. Die Lösung ist im Dunkeln aufzubewahren.

Oxydationslösung für die Wasseranalyse.

In konzentrierte Salzsäure leitet man freies Chlor ein. Letzteres entwickelt man durch die Einwirkung von Salzsäure auf Kaliumchlorat. Die Lösung ist im Dunkeln aufzubewahren.

Natronlauge.

Für die Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl. 500 g reinstes Natriumhydroxyd werden zu einem Liter gelöst.

Oxalsäure.

Siehe S. 515. Soll auf dem Platinblech ohne jeden Rückstand flüchtig sein. 2,0 g Oxalsäure mit überschüssiger Natronlauge erhitzt dürfen kein Ammoniak abgeben.

Phenolphtaleïnlösung.

Siehe S. 510.

Phenol-Schwefelsäure.

Für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl-Jodlbaur. 50 g Phenol (kristallisierte Karbolsäure) werden in konzentrierter Schwefelsäure von 66° Bé. zu 100 ccm Gesamtflüssigkeit gelöst.

Platinchloridlösung.

Platinchlorid [$PtCl_4 + 2\,HCl + 6\,H_2O$]. 26,6 g werden zu 100 ccm gelöst, dann enthalten 10 ccm der Lösung 1 g Platin. Die filtrierte Lösung mufs, auf dem Wasserbade verdampft, einen in absolutem Alkohol vollkommen klar löslichen Rückstand hinterlassen. Beim vorsichtigen Glühen im Porzellantiegel mufs das Platinchlorid 37 % Metall hinterlassen, das an Salpetersäure nichts Lösliches abgeben darf.

Pyrogallussäurelösung.

Pyrogallussäure $[C_6H_3(OH)_3]$. Sehr leichte, weifse, glänzende Blättchen. 27 g Pyrogallussäure werden in 60 ccm heifsem Wasser gelöst, die filtrierte und erkaltete Lösung wird mit 105 ccm Kalilauge von 1,26 bis 1,28 spezifischem Gewicht vermischt.

Quecksilberkaliumjodidlösung (Nefsler's Reagens).

50 g Jodkalium werden in etwa 50 ccm heifsem destillierten Wasser gelöst und mit einer heifsen konzentrierten Sublimatlösung in solcher Menge versetzt, bis eben ein beim Umschütteln bleibender roter Niederschlag von HgJ_2 entsteht (es sind hierzu 20—25 g Quecksilberchlorid erforderlich). Man filtriert, vermischt mit einer Auflösung von 150 g Kaliumhydroxyd in 300 ccm Wasser, verdünnt auf 1 l, fügt noch etwa 4 ccm Sublimatlösung hinzu, läfst den Niederschlag sich absetzen und dekantiert. Die Lösung mufs in gut verschlossenen, nicht zu grofsen Flaschen aufbewahrt werden.

Reagentien für die Bestimmung des Sauerstoffes in Wasser.

Manganchlorürlösung. 80 g kristallisiertes Manganchlorür werden in 100 ccm Wasser gelöst. Das Manganchlorür darf höchstens Spuren von Eisenoxyd enthalten. Die aufs 20fache verdünnte Lösung soll, mit Schwefelsäure angesäuert und mit Zinkjodidstärkelösung versetzt, nicht gebläut werden.

Alkalische Jodkaliumlösung. 10 g Jodkalium werden in 100 g 33prozentiger Natronlauge gelöst. Die Lösung, mit Schwefelsäure angesäuert, darf auf Zusatz von Stärkelösung nicht gebläut werden. Statt des Natriumhydrates kann auch nitritfreies Kaliumhydrat verwendet werden.

$^1/_{100}$ normale Natriumthiosulfatlösung. 2,48 g Natriumthiosulfat werden in 1 l destilliertem Wasser gelöst; 1 ccm dieser Lösung entspricht 0,055825 Sauerstoff bei 0° C. und 760 mm.

Die Richtigkeit dieser Lösung kontrolliert man so, dafs man sie gegen eine $^1/_{100}$ normale Jodlösung (1,27 reines, trockenes Jod und 2 g

reines, von Jodsäure freies Kaliumjodid auf 1 l destilliertes Wasser) einstellt. Verdünnt man 10 ccm dieser Jodlösung mit etwas Wasser und fügt als Indikator einige Tropfen Stärkelösung hinzu, so sind genau 10 ccm einer $^{1}/_{100}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung erforderlich, um die Stärke blau zu färben, d. h. das Ende der Reaktion anzuzeigen.

Chlorammoniumlösung für kolorimetrische Ammoniakbestimmung.

3,147 g Chlorammonium werden zu 1 l Wasser gelöst. 1 ccm der Lösung enthält 1 mg Ammoniak. Hieraus stellt man sich eine verdünnte Lösung her, indem man 50 ccm der konzentrierten Lösung auf 1 l verdünnt. 1 ccm entspricht 0,5 mg Ammoniak.

Rohrzucker, chemisch rein.

200 g feinste Raffinade werden mit 30 ccm Wasser auf dem Wasserbade geschmolzen, die Lösung durch Glaswolle in eine Reibschale heifs filtriert und mit 200 ccm absolutem Alkohol unter beständigem Umrühren mit einem Pistill vermischt. Der Zucker scheidet sich in feinen Kristallen ab, welche abgesaugt und mit Äther ausgedeckt werden. Nach dem Trocknen an der Luft trocknet man den Zucker bei mäfsiger Temperatur im Wassertrockenschrank.

Salpetersäure [HNO_3].

Salpetersäure, spez. Gewicht 1,200, enthält 32—33 % Salpetersäure. Die Salpetersäure darf, in der Menge von 2 g in einem Platinschälchen verdampft, keinen Rückstand hinterlassen. Stark mit Wasser verdünnt darf sie weder mit Chlorbaryumlösung, noch mit Silbernitratlösung eine Trübung zeigen (Schwefelsäure, Chlor).

Salpetersäure, rauchende.

Spez. Gewicht 1,400. Wegen des sich bildenden Dampfes darf das Gefäfs nur zu $^2/_3$ gefüllt sein.

Salpetersäure, verdünnte.

Gleiche Teile Salpetersäure und Wasser werden vermischt.

Salzsäure [HCl].

Konzentrierte Salzsäure, spez. Gewicht 1,19, soll farblos sein und beim Eindampfen nicht gelb werden (Eisen). Baryumchlorid darf in der verdünnten Säure keine Trübung bewirken (Schwefelsäure); auch darf sie Jodkaliumstärkelösung nicht bläuen (Chlor, auch Eisenchlorid) oder eine durch Jodstärke schwach blau gefärbte Flüssigkeit nicht entfärben (schweflige Säure) und beim Verdunsten keinen Rückstand hinterlassen. Weitere Prüfungen siehe unter Salzsäure, S. 415.

Schwefelkaliumlösung.

Für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl. 40 g reines Schwefelkalium [K_2S] und 5 g Ätzkali werden mit destilliertem Wasser zu 1 l gelöst.

Für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl-Jodlbaur. 25 g zu 100 ccm.

Schwefelsäure, konzentrierte [H_2SO_4].

Reine konzentrierte Schwefelsäure, spezifisches Gewicht 1,830, soll farblos sein und bei der Verdunstung keinen Rückstand hinterlassen. Mit

Eisensulfatlösung im Reagenzglas vorsichtig überschichtet darf sich an der Berührungsstelle keine braune Zone bilden (Salpetersäure). Darf kein Arsen enthalten (March'sche Probe).

Mufs, wenn mit 4—5 Teilen Weingeist vermischt, absolut klar bleiben (Bleioxyd, Eisenoxyd, Kalk).

Schwefelsäure, verdünnte.

1 Teil konzentrierte reine Schwefelsäure wird in 3 Teile Wasser nach und nach unter Abkühlung eingegossen. *(Nicht umgekehrt!)*

Schwefelwasserstoffwasser.

In einem Gasentwicklungsapparat entwickelt man Schwefelwasserstoff [H_2S] aus Schwefeleisen und reiner, arsenfreier, verdünnter Schwefelsäure. Das entweichende Gas leitet man zuerst durch eine mit Wasser gefüllte Waschflasche und darauf in ein mit ausgekochtem und wieder erkaltetem Wasser gefülltes Gefäfs. Um zu verhüten, dafs allzuviel Schwefelwasserstoff entweicht, und um eine rasche Sättigung des Wassers herbeizuführen, versieht man das letzte luftdicht vorgelegte Gefäfs mit einem zweimal gebogenen Rohr, welches etwa 5 cm tief in Wasser oder dünne Kalkmilch taucht. Hierdurch erfolgt die Sättigung des Wassers mit Schwefelwasserstoff unter einem geringen Druck; wenn Kalkmilch angewendet wird, erfolgt aufserdem eine Bindung des entweichenden Schwefelwasserstoffes. Vorsicht! da leicht ein Zurücksteigen stattfindet.

Silbernitratlösung.

Salpetersaures Silber [$AgNO_3$]. 1 Teil wird in 20 Teilen Wasser gelöst. Die Lösung soll neutral reagieren, auch darf die nach dem Ausfällen des Silbers eingedampfte Flüssigkeit keinen Rückstand hinterlassen.

Tonerdebrei.

Aluminiumchlorid wird zu einer dünnen Lösung in Wasser gelöst und mit Ammoniak bis zur alkalischen Reaktion versetzt. Das ausfallende Tonerdehydrat wird mit destilliertem Wasser in der Flasche so lange ausgewaschen, bis das ablaufende Waschwasser nicht mehr alkalisch reagiert. Hierauf überläfst man den dünnen Brei einige Tage der Ruhe und zieht darauf mit einem Heber das klare Wasser möglichst vollständig ab. Der restierende weifse Brei von Tonerdehydrat dient als Klärmittel.

Nach Baumann[1]) bereitet man sich Tonerdebrei schnell und in reinem Zustande, so dafs das lästige Auswaschen entfällt, mittelst des elektrischen Stromes. Man hängt in ein grofses, mit Wasser gefülltes Becherglas zwei Aluminiumbleche einige Zentimeter voneinander entfernt auf und verbindet sie mit den Drähten einer Glühlampe. Über Nacht scheidet sich eine reichliche Menge Tonerdehydrat durch die Wirkung des elektrischen Stromes aus. Man entfernt das überflüssige Wasser mittelst eines Hebers und tut gut, den Brei noch durch ein feines Sieb zu rühren, da er an der Oberfläche des Wassers sich etwas zusammenballt.

Wasser, destilliertes.

Klare, farb-, geruch- und geschmacklose Flüssigkeit.

Destilliertes Wasser soll weder durch Silbernitrat- oder Quecksilberchloridlösung, noch durch Schwefelwasserstoffwasser oder nach Zusatz von Ammoniakflüssigkeit verändert werden. Beim Vermischen mit 2 Raumteilen Kalkwasser soll es klar bleiben (Kohlensäure).

Werden 100 ccm destilliertes Wasser nach Zusatz von 1 ccm verdünnter Schwefelsäure bis zum Sieden erhitzt, hierauf mit 0,3 ccm Kaliumpermanganatlösung versetzt und 3 Minuten lang im Sieden erhalten, so soll die Flüssigkeit nicht entfärbt werden.

Werden 10 ccm destilliertes Wasser verdampft, so soll ein wägbarer Rückstand nicht hinterbleiben. Ammoniak darf durch Nefsler's Reagens nicht nachzuweisen sein.

Zinkstaub.

Der im Handel erhältliche Zinkstaub wird mehrmals mit Wasser ausgewaschen und darauf getrocknet.

[1]) Korrespondenzblatt 1893, No. 10, 135.

Tabelle XXIII.

Internationale Atomgewichte.

$O = 16{,}00$; $H = 1{,}008$.

Aluminium	*Al*	27,1	Neon	*Ne*	20
Antimon	*Sb*	120	Nickel	*Ni*	58,7
Argon	*A*	39,9	Niobium	*Nb*	94
Arsen	*As*	75,0	Osmium	*Os*	191
Baryum	*Ba*	137,4	Palladium	*Pd*	106
Beryllium	*Be*	9,1	Phosphor	*P*	31
Blei	*Pb*	206,9	Platin	*Pt*	194,8
Bor	*B*	11	Praseodym	*Pr*	140,5
Brom	*Br*	79,96	Quecksilber	*Hg*	200,3
Cadmium	*Cd*	112,4	Rhodium	*Rh*	103
Caesium	*Cs*	133	Rubidium	*Rb*	85,4
Cerium	*Ce*	140	Ruthenium	*Ru*	101,7
Chlor	*Cl*	35,45	Samarium	*Sa*	150
Chrom	*Cr*	52,1	Sauerstoff	*O*	16
Eisen	*Fe*	56	Scandium	*Sc*	44,1
Erbium	*Er*	166	Schwefel	*S*	32,06
Fluor	*F*	19	Selen	*Se*	79,1
Gadolinium	*Gd*	156	Silber	*Ag*	107,93
Gallium	*Ga*	70	Silicium	*Si*	28,4
Germanium	*Ge*	72	Stickstoff	*N*	14,04
Gold	*Au*	197,2	Strontium	*Sr*	87,6
Helium	*He*	4	Tantal	*Ta*	183
Indium	*In*	114	Tellur	*Te*	127
Iridium	*Ir*	193	Thallium	*Tl*	204,1
Jod	*J*	126,85	Thorium	*Th*	232,5
Kalium	*K*	39,15	Thulium	*Tu*	171
Kalzium	*Ca*	40	Titan	*Ti*	48,1
Kobalt	*Co*	59	Uran	*U*	239,5
Kohlenstoff	*C*	12	Vanadin	*V*	51,2
Krypton	*Kr*	81,8	Wasserstoff	*H*	1,01
Kupfer	*Cu*	63,6	Wismut	*Bi*	208,5
Lanthan	*La*	138	Wolfram	*W*	184
Lithium	*Li*	7,03	Xenon	*X*	128
Magnesium	*Mg*	24,36	Ytterbium	*Yb*	173
Mangan	*Mn*	55	Yttrium	*Y*	89
Molybdän	*Mo*	96	Zink	*Zn*	65,4
Natrium	*Na*	23,05	Zinn	*Sn*	118,5
Neodym	*Nd*	143,6	Zirkonium	*Zr*	90,7

Tabelle XXIV.

Dichtigkeit des Wassers bei verschiedenen Temperaturen bezogen auf $+4^0$ C.

Temperatur	Dichte bei $4^0 = 1$	Temperatur	Dichte bei $4^0 = 1$	Temperatur	Dichte bei $4^0 = 1$
0	0,999874	18,0	0,998628	20,5	0,998130
1	930	1	609	6	109
2	970	2	590	7	087
3	993	3	571	8	066
4	1,000000	4	552	9	044
5	0,999992	5	533	21,0	023
6	969	6	514	1	001
7	931	7	495	2	0,997979
8	878	8	476	3	957
9	812	9	456	4	935
10	731	19,0	437	5	913
11	637	1	417	6	890
12	530	2	397	7	868
13	410	3	377	8	846
14	277	4	357	9	823
15	132	5	337	22,0	800
16	0,998976	6	317	1	778
17,0	808	7	296	2	755
1	790	8	276	3	732
2	772	9	255	4	709
3	755	20,0	235	5	685
4	737	1	214	6	662
5	719	2	193	7	639
6	701	3	172	8	615
7	683	4	151	9	592
8	664				
9	646				

Tabelle XXV.

Tabelle der Tension des Wasserdampfes in Millimeter Quecksilber für die Temperaturen von — 2° bis + 23° C. (nach Regnault).

Celsius °	Tension mm	Celsius °	Tension mm	Celsius °	Tension mm	Celsius °	Tension mm
— 2,0	3,955	+ 1,1	4,975	+ 4,2	6,183	+ 7,3	7,647
1,9	3,985	1,2	5,011	4,3	6,226	7,4	7,699
1,8	4,016	1,3	5,047	4,4	6,270	7,5	7,751
1,7	4,047	1,4	5,082	4,5	6,313	7,6	7,804
1,6	4,078	1,5	5,118	4,6	6,357	7,7	7,857
1,5	4,109	1,6	5,155	4,7	6,401	7,8	7,910
1,4	4,140	1,7	5,191	4,8	6,445	7,9	7,964
1,3	4,171	1,8	5,228	4,9	6,490	8,0	8,017
1,2	4,203	1,9	5,265	5,0	6,534	8,1	8,072
1,1	4,235	2,0	5,302	5,1	6,580	8,2	8,126
1,0	4,267	2,1	5,340	5,2	6,625	8,3	8,181
0,9	4,299	2,2	5,378	5,3	6,671	8,4	8,236
0,8	4,331	2,3	5,416	5,4	6,717	8,5	8,291
0,7	4,364	2,4	5,454	5,5	6,763	8,6	8,347
0,6	4,397	2,5	5,491	5,6	6,810	8,7	8,404
0,5	4,430	2,6	5,530	5,7	6,857	8,8	8,461
0,4	4,463	2,7	5,569	5,8	6,904	8,9	8,517
0,3	4,497	2,8	5,608	5,9	6,951	9,0	8,574
0,2	4,531	2,9	5,647	6,0	6,998	9,1	8,632
0,1	4,565	3,0	5,687	6,1	7,047	9,2	8,690
0,0	4,600	3,1	5,727	6,2	7,095	9,3	8,748
+ 0,1	4,633	3,2	5,767	6,3	7,144	9,4	8,807
0,2	4,667	3,3	5,807	6,4	7,193	9,5	8,865
0,3	4,700	3,4	5,848	6,5	7,242	9,6	8,925
0,4	4,733	3,5	5,889	6,6	7,292	9,7	8,985
0,5	4,767	3,6	5,930	6,7	7,342	9,8	9,045
0,6	4,800	3,7	5,972	6,8	7,392	9,9	9.105
0,7	4,836	3,8	6,014	6,9	7,442	10,0	9,165
0,8	4,871	3,9	6,055	7,0	7,492	10,1	9.227
0,9	4,905	4,0	6,097	7,1	7,544	10,2	9,288
1,0	4,940	4,1	6,140	7,2	7,595	10,3	9,350

Celsius 0	Tension mm	Celsius 0	Tension mm	Celsius 0	Tension mm	Celsius 0	Tension mm
+ 10,4	9,412	+ 13,6	11,605	+ 16,8	14,241	+ 20,0	17,391
10,5	9,474	13,7	11,681	16,9	14,331	20,1	17,500
10,6	9,537	13,8	11,757	17,0	14,421	20,2	17,608
10,7	9,601	13,9	11,832	17,1	14,513	20,3	17,717
10,8	9,665	14,0	11,908	17,2	14,605	20,4	17,826
10,9	9,728	14,1	11,986	17,3	14,697	20,5	17,935
11,0	9,792	14,2	12,064	17,4	14,790	20,6	18,047
11,1	9,857	14,3	12,142	17,5	14,882	20,7	18,159
11,2	9,923	14,4	12,220	17,6	14,977	20,8	18,271
11,3	9,989	14,5	12,298	17,7	15,072	20,9	18,383
11,4	10,054	14,6	12,378	17,8	15,167	21,0	18,495
11,5	10,120	14,7	12,458	17,9	15,262	21,1	18,610
11,6	10,187	14,8	12,538	18,0	15,357	21,2	18,724
11,7	10,255	14,9	12,619	18,1	15,454	21,3	18,839
11,8	10,322	15,0	12,699	18,2	15,552	21,4	18,954
11,9	10,389	15,1	12,781	18,3	15,650	21,5	19,069
12,0	10,457	15,2	12,864	18,4	15,747	21,6	19,187
12,1	10,526	15.3	12,947	18,5	15,845	21,7	19,305
12,2	10,596	15,4	13,029	18,6	15,945	21,8	19,423
12,3	10,665	15,5	13,112	18,7	16,045	21,9	19,541
12,4	10,734	15,6	13,197	18,8	16,145	22,0	19,659
12.5	10,804	15,7	13,281	18,9	16,246	22,1	19,780
12,6	10,875	15,8	13,366	19,0	16,346	22,2	19,901
12,7	10,947	15,9	13,451	19,1	16,449	22,3	20,022
12,8	11,019	16,0	13,536	19,2	16,552	22,4	20,143
12,9	11,090	16,1	13,623	19,3	16,655	22,5	20,265
13,0	11,162	16,2	13,710	19,4	16,758	22,6	20,389
13,1	11,235	16,3	13,797	19,5	16,861	22,7	20,514
13,2	11,309	16,4	13,885	19,6	16,967	22.8	20,639
13.3	11,383	16,5	13,972	19,7	17,073	22,9	20,763
13,4	11,456	16,6	14,062	19,8	17,179	23,0	20,888
13,5	11,530	16,7	14,151	19,9	17,285		

Tabelle XXVI.

Vergleichung der Thermometerskalen von Celsius, Réaumur und Fahrenheit.

Celsius	Réaumur	Fahrenheit	Celsius	Réaumur	Fahrenheit
— 40	— 32	— 40	— 4	— 3,2	+ 24,8
39	31,2	38,2	3	2,4	26,6
38	30,4	36,4	2	1,6	28,4
37	29,6	34,6	1	0,8	30,2
36	28,8	32,8	0	0	32
35	28	31	+ 1	+ 0,8	33,8
34	27,2	29,2	2	1,6	35,6
33	26,4	27,4	3	2,4	37,4
32	25,6	25,6	4	3,2	39,2
31	24,8	23,8	5	4	41
30	24	22	6	4,8	42,8
29	23,2	20,2	7	5,6	44,6
28	22,4	18,4	8	6,4	46,4
27	21,6	16,6	9	7,2	48,2
26	20,8	14,8	10	8	50
25	20	13	11	8,8	51,8
24	19,2	11,2	12	9,6	53,6
23	18,4	9,4	13	10,4	55,4
22	17,6	7,6	14	11,2	57,2
21	16,8	5,8	15	12	59
20	16	4	16	12,8	60,8
19	15,2	2,2	17	13,6	62,6
18	14,4	+ 0,4	18	14,4	64,4
17	13,6	1,4	19	15,2	66,2
16	12,8	3,2	20	16	68
15	12	5	21	16,8	69,8
14	11,2	6,8	22	17,6	71,6
13	10,4	8,6	23	18,4	73,4
12	9,6	10,4	24	19,2	75,2
11	8,8	12,2	25	20	77
10	8	14	26	20,8	78,8
9	7,2	15,8	27	21,6	80,6
8	6,4	17,6	28	22,4	82,4
7	5,6	19,4	29	23,2	84,2
6	4,8	21,2	30	24	86
5	4	23			

Celsius	Réaumur	Fahrenheit	Celsius	Réaumur	Fahrenheit
+ 31	+ 24,8	+ 87,8	+ 66	+ 52,8	+ 150,8
32	25,6	89,6	67	53,6	152,6
33	26,4	91,4	68	54,4	154,4
34	27,2	93,2	69	55,2	156,2
35	28	95	70	56	158
36	28,8	96,8	71	56,8	159,8
37	29,6	98,6	72	57,6	161,6
38	30,4	100,4	73	58,4	163,4
39	31,2	102,2	74	59,2	165,2
40	32	104	75	60	167
41	32,8	105,8	76	60,8	168,8
42	33,6	107,6	77	61,6	170,6
43	34,4	109,4	78	62,4	172,4
44	35,2	111,2	79	63,2	174,2
45	36	113	80	64	176
46	36,8	114,8	81	64,8	177,8
47	37,6	116,6	82	65,6	179,6
48	38,4	118,4	83	66,4	181,4
49	39,2	120,2	84	67,2	183,2
50	40	122	85	68	185
51	40,8	123,8	86	68,8	186,8
52	41,6	125,6	87	69,6	188,6
53	42,4	127,4	88	70,4	190,4
54	43,2	129,2	89	71,2	192,2
55	44	131	90	72	194
56	44,8	132,8	91	72,8	195,8
57	45,6	134,6	92	73,6	197,6
58	46,4	136,4	93	74,4	199,4
59	47,2	138,2	94	75,2	201,2
60	48	140	95	76	203
61	48,8	141,8	96	76,8	204,8
62	49,6	143,6	97	77,6	206,6
63	50,4	145,4	98	78,4	208,4
64	51,2	147,2	99	79,2	210,2
65	52	149	100	80	212

Faktorentabellen zur Berechnung quantitativer Analysen.

$O = 16,00; \quad H = 1,008.$

Der Gebrauch von Faktorentabellen zur Berechnung quantitativer Analysen vereinfacht die Berechnung der Resultate ganz aufserordentlich.

Die Faktoren selbst werden auf folgende Weise berechnet:

Angenommen, es sei der Faktor zu berechnen, um Baryumsulfat auf Kalziumsulfat umzurechnen.

Baryumsulfat ist nach der Formel $BaSO_4$,
Kalziumsulfat „ „ „ „ $CaSO_4$

zusammengesetzt. Die Molekulargewichte sind also:

$$BaSO_4 = 233,46,$$
$$CaSO_4 = 136,06.$$

Die Berechnung erfolgt nach dem Ansatz:

$$BaSO_4 : CaSO_4 = 1 : x,$$
$$233,46 : 136,06 = 1 : x.$$

$$x = \frac{136,06}{233,46}: \qquad \text{Faktor } x = 0,5827.$$

Das durch Analyse erhaltene Gewicht des Baryumsulfates ist also mit 0,5827 zu multiplizieren, um das gesuchte Gewicht an Kalziumsulfat zu erfahren.

Die Multipla der Faktoren sind eine weitere Vereinfachung der Rechnung.

Hat man z. B. 0,5976 g Baryumsulfat erhalten, so addiert man nur die betreffenden Multipla des Faktors und hat in der Summe derselben den Betrag des Baryumsulfates als Kalziumsulfat ausgedrückt.

$$\begin{aligned}
0,5 &= 0,29139 \\
0,09 &= 0,052451 \\
0,007 &= 0,0040795 \\
0,0006 &= 0,00034967 \\
\hline
&= 0,34827017 \text{ g Kalziumsulfat.}
\end{aligned}$$

Tabelle

Faktorentabellen zur Berech-

$O = 16{,}00$;

Elemente	Gefunden	Gesucht	Faktor 1	Faktor 2
Arsen ($As = 75{,}0$)	Magnesiumammoniumarseniat ($[MgNH_4ASO_4 + {}^1/_2 H_2O]_2 = 380{,}90$)	Arsen ($As_2 = 150$)	0,3938	0,7876
	Magnesiumpyroarseniat ($Mg_2As_2O_7 = 310{,}72$)	Arsen ($As_2 = 150$)	0,4827	0,9654
Baryum ($Ba = 137{,}4$)	Baryumsulfat ($BaSO_4 = 233{,}46$)	Baryumoxyd ($BaO = 153{,}4$)	0,6571	1,3142
	Kohlensäure ($CO_2 = 44$)	Baryumoxyd ($BaO = 153{,}4$)	3,4864	6,9728
Blei ($Pb = 206{,}9$)	Bleikarbonat ($PbCO_3 = 266{,}9$)	Blei ($Pb = 206{,}9$)	0,7752	1,5504
	Bleikarbonat ($PbCO_3 = 266{,}9$)	Bleioxyd ($PbO = 222{,}9$)	0,8351	1,6702
	Bleisulfid ($PbS = 238{,}96$)	Blei ($Pb = 206{,}9$)	0,8658	1,7316
Chlor ($Cl = 35{,}45$)	Natriumchlorid ($NaCl = 58{,}5$)	Chlor (35,45)	0,6059	1,2118
	Silber ($Ag = 107{,}93$)	Chlor (35,45)	0,3284	0,6568
Eisen ($Fe = 56{,}0$)	Eisenoxyd ($Fe_2O_3 = 160$)	Eisen ($Fe_2 = 112$)	0,7000	1,4000
	Eisenoxyd ($Fe_2O_3 = 160$)	Eisenoxydul ($[FeO]_2 = 144$)	0,9000	1,8000
	Eisenoxydul ($FeO = 72$)	Eisen ($Fe = 56$)	0,7777	1,5554
	Eisenoxydul ($[FeO]_2 = 144$)	Eisenoxyd ($Fe_2O_3 = 160$)	1,1111	2,2222
	Ferroammonsulfat krist. ($FeSO_4[NH_4]_2SO_4 + 6H_2O = 392{,}4$)	Eisen ($Fe = 56$)	0,1427	0,2854

XXVII.

nung quantitativer Analysen.

H = 1,008.

Faktor							
3	4	5	6	7	8	9	10
1,1814	1,5752	1,9690	2,3628	2,7566	3,1504	3,5442	3,9380
1,4481	1,9308	2,4135	2,8962	3,3789	3,8616	4,3443	4,8270
1,9713	2,6284	3,2855	3,9426	4,5997	5,2568	5,9139	6,5710
10,4592	13,9456	17,4320	20,9184	24,4048	27,8912	31,3776	34,8640
2,3256	3,1008	3,8760	4,6512	5,4264	6,2016	6,9768	7,7520
2,5053	3,3404	4,1755	5,0106	5,8457	6,6808	7,5159	8,3510
2,5974	3,4632	4,3290	5,1948	6,0606	6,9264	7,7922	8,6580
1,8177	2,4236	3,0295	3,6354	4,2413	4,8472	5,4531	6,0590
0,9852	1,3136	1,6420	1,9704	2,2988	2,6272	2,9556	3,2840
2,1000	2,8000	3,5000	4,2000	4,9000	5,6000	6,3000	7,0000
2,7000	3,6000	4,5000	5,4000	6,3000	7,2000	8,1000	9,0000
2,3331	3,1108	3,8885	4,6662	5,4439	6,2216	6,9993	7,7770
3,3333	4,4444	5,5555	6,6666	7,7777	8,8888	9,9999	11,1110
0,4281	0,5708	0,7135	0,8562	0,9989	1,1416	1,2843	1,4270

Elemente	Gefunden	Gesucht	Faktor	
			1	2
Eisen ($Fe = 56,0$)	Ferroammonsulfat krist. ($[FeSO_4(NH_4)_2SO_4 + 6H_2O]_2 = 784,8$)	Eisenoxyd ($Fe_2O_3 = 160$)	0,2038	0,4076
	Ferroammonsulfat krist. ($FeSO_4(NH_4)_2SO_4 + 6H_2O = 392,4$)	Eisenoxydul ($FeO = 72$)	0,1834	0,3668
Kalium ($K = 39,15$)	Chlor ($Cl = 35,45$)	Kaliumchlorid ($KCl = 74,60$)	2,1043	4,2086
	Kalium ($K_2 = 78,30$)	Kaliumoxyd ($K_2O = 94,30$)	1,2043	2,4086
	Kaliumkarbonat ($K_2CO_3 = 138,30$)	Kaliumoxyd ($K_2O = 94,30$)	0,6818	1,3636
	Kaliumchlorid ($KCl = 74,60$)	Kalium ($K = 39,15$)	0,5247	1,0494
	Kaliumchlorid ($[KCl]_2 = 149,2$)	Kaliumoxyd ($K_2O = 94,30$)	0,6320	1,2640
	Kaliumplatinchlorid ($K_2PtCl_6 = 485,8$)	Kalium ($K_2 = 78,30$)	0,1611	0,3222
	Kaliumplatinchlorid ($K_2PtCl_6 = 485,8$)	Kaliumoxyd ($K_2O = 94,30$)	0,1931	0,3862
	Kaliumplatinchlorid ($K_2PtCl_6 = 485,8$)	Kaliumkarbonat ($K_2CO_3 = 138,30$)	0,2846	0,5692
	Kaliumplatinchlorid ($K_2PtCl_6 = 485,8$)	Kaliumchlorid ($[KCl]_2 = 149,2$)	0,3055	0,6110
	Stickstoff ($N = 14,04$)	Kaliumnitrat (Kalisalpeter) ($KNO_3 = 101,19$)	7,2072	14,4144
Kalzium ($Ca = 40$)	Baryumsulfat ($BaSO_4 = 233,46$)	Kalziumsulfat ($CaSO_4 = 136,06$)	0,5827	1,1654
	Baryumsulfat ($BaSO_4 = 233,46$)	Kalziumsulfid ($CaS = 72,06$)	0,3086	0,6172
	Kalziumkarbonat ($CaCO_3 = 100$)	Kalziumoxyd ($CaO = 56$)	0,5600	1,1200

Faktor							
3	4	5	6	7	8	9	10
0,6114	0,8132	1,0190	1,2228	1,4266	1,6304	1,8342	2,0380
0,5502	0,7336	0,9170	1,1004	1,2838	1,4672	1,6506	1,8340
6,3129	8,4172	10,5215	12,6258	14,7301	16,8344	18,9387	21,0430
3,6129	4,8172	6,0215	7,2258	8,4301	9,6344	10,8387	12,0430
2,0454	2,7272	3,4090	4,0908	4,7726	5,4544	6,1362	6,8180
1,5741	2,0988	2,6235	3,1482	3,6729	4,1976	4,7223	5,2470
1,8960	2,5280	3,1600	3,7920	4,4240	5,0560	5,6880	6,3200
0,4833	0,6444	0,8055	0,9666	1,1277	1,2888	1,4499	1,6110
0,5793	0,7724	0,9655	1,1586	1,3517	1,5448	1,7379	1,9310
0,8538	1,1384	1,4230	1.7076	1,9922	2,2768	2,5614	2,8460
0,9165	1,2220	1,5275	1,8330	2,1385	2,4440	2,7495	3,0550
21,6216	28,8288	36,0360	43,2432	50,4504	57,6576	64,8648	72,0720
1,7481	2,3308	2,9135	3,4962	4,0789	4,6616	5,2443	5,8270
0,9258	1,2344	1,5430	1,8516	2,1602	2,4688	2,7774	3,0860
1,6800	2,2400	2,8000	3,3600	3,9200	4,4800	5,0400	5,6000

Elemente	Gefunden	Gesucht	Faktor	
			1	2
Kalzium ($Ca = 40$)	Kalziumoxyd ($CaO = 56$)	Kalzium ($Ca = 40$)	0,7143	1,4286
	Kalziumoxyd ($CaO = 56$)	Kalziumkarbonat ($CaCO_3 = 100$)	1,7857	3,5714
	Kohlensäure ($CO_2 = 44$)	Kalziumkarbonat ($CaCO_3 = 100$)	2,2727	4,5454
	Kohlensäure ($CO_2 = 44$)	Kalziumoxyd ($CaO = 56$)	1,2727	2,5454
Kohlenstoff ($C = 12,00$)	Baryumoxyd (Baryt) ($BaO = 153,4$)	Kohlensäure ($CO_2 = 44$)	0,2868	0,5736
	Kalziumoxyd (Kalk) ($CaO = 56$)	Kohlensäure ($CO_2 = 44$)	0,7857	1,5714
	Kohlensäure ($CO_2 = 44$)	Kohlenstoff ($C = 12$)	0,2727	0,5454
	Natriumkarbonat ($Na_2CO_3 = 106,1$)	Kohlensäure ($CO_2 = 44$)	0,4147	0,8294
	Natriumoxyd (Natron) ($Na_2O = 62,1$)	Kohlensäure ($CO_2 = 44$)	0,7085	1,4170
	Strontiumkarbonat ($SrCO_3 = 147,6$)	Kohlensäure ($CO_2 = 44$)	0,2981	0,5962
	Strontiumoxyd (Strontian) ($SrO = 103,6$)	Kohlensäure ($CO_2 = 44$)	0,4247	0,8494
Kupfer ($Cu = 63,6$)	Kupfer ($Cu = 63,6$)	Kupferoxyd ($CuO = 79,6$)	1,2515	2,5030
	Kupferoxyd ($CuO = 79,6$)	Kupfer ($Cu = 63,6$)	0,7989	1,5978
	Kupfersulfür ($Cu_2S = 159,26$)	Kupfer ($Cu_2 = 127,2$)	0,7986	1,5972
Magnesium ($Mg = 24,36$)	Magnesiumoxyd (Magnesia) ($MgO = 40,36$)	Magnesium ($Mg = 24,36$)	0,6035	1,2070

Faktor							
3	4	5	6	7	8	9	10
2,1429	2,8572	3,5715	4,2858	5,0001	5,7144	6,4287	7,1430
5,3571	7,1428	8,9285	10,7142	12,4999	14,2856	16,0713	17,8570
6,8181	9,0908	11,3635	13,6362	15,9089	18,1816	20,4543	22,7270
3,8181	5,0908	6,3635	7,6362	8,9089	10,1816	11,4543	12,7270
0,8604	1,1472	1,4340	1,7208	2,0076	2,2944	2,5812	2,8680
2,3571	3,1428	3,9285	4,7142	5,4999	6,2856	7,0713	7,8570
0,8181	1,0908	1,3635	1,6362	1,9089	2,1816	2,4543	2,7270
1,2441	1,6588	2,0735	2,4882	2,9029	3,3176	3,7323	4,1470
2,1255	2,8340	3,5425	4,2510	4,9595	5,6680	6,3765	7,0850
0,8943	1,1924	1,4905	1,7886	2,0867	2,3848	2,6829	2,9810
1,2741	1,6988	2,1235	2,5482	2,9729	3,3976	3,8223	4,2470
3,7545	5,0060	6,2575	7,5090	8,7605	10,0120	11,2635	12,5150
2,3967	3,1956	3,9945	4,7934	5,5923	6,3912	7,1901	7,9890
2,3958	3,1944	3,9930	4,7916	5,5902	6,3888	7,1874	7,9860
1,8105	2,4140	3,0175	3,6210	4,2245	4,8280	5,4315	6,0350

Elemente	Gefunden	Gesucht	Faktor	
			1	2
Magnesium ($Mg = 24,36$)	Magnesiumpyrophosphat ($Mg_2P_2O_7 = 222,72$)	Magnesium ($Mg_2 = 48,72$)	0,2187	0,4374
	Magnesiumpyrophosphat ($Mg_2P_2O_7 = 222,72$)	Magnesiumoxyd (Magnesia) ($[MgO]_2 = 80,72$)	0,3624	0,7248
Natrium ($Na = 23,05$)	Baryumsulfat ($BaSO_4 = 233,46$)	Natriumsulfat ($Na_2SO_4 = 142,16$)	0,6089	1,2178
	Chlor ($Cl = 35,45$)	Natriumchlorid ($NaCl = 58,5$)	1,6502	3,3004
	Kohlensäure ($CO_2 = 44$)	Natriumkarbonat ($Na_2CO_3 = 106,1$)	2,4113	4,8226
	Natrium ($Na = 23,05$)	Natriumchlorid ($NaCl = 58,5$)	2,5379	5,0758
	Natriumoxyd ($Na_2O = 62,1$)	Natriumnitrat ($[NaNO_3]_2 = 170,18$)	2,7404	5,4808
	Stickstoff ($N = 14,04$)	Natriumnitrat ($NaNO_3 = 85,09$)	6,0605	12,1210
Phosphor ($P = 31,0$)	Aluminiumphosphat ($[AlPO_4]_2 = 244,2$)	Phosphorsäureanhydrid ($P_2O_5 = 142$)	0,5814	1,1628
	Magnesiumpyrophosphat ($Mg_2P_2O_7 = 222,72$)	Phosphorsäureanhydrid ($P_2O_5 = 142$)	0,6375	1,2750
Quecksilber ($Hg = 200,3$)	Quecksilbersulfid ($HgS = 232,36$)	Quecksilber ($Hg = 200,3$)	0,8620	1,7240
Sauerstoff ($O = 16,00$)	Manganoxyd ($Mn_2O_3 = 158$)	Sauerstoff ($O_3 = 48$)	0,3037	0,6074
	Manganoxydul ($MnO = 71$)	Sauerstoff ($O = 16$)	0,2253	0,4506
	Manganoxydoxydul ($Mn_3O_4 = 229$)	Sauerstoff ($O_4 = 64$)	0,2794	0,5588
	Wasser ($H_2O = 18,02$)	Sauerstoff ($O = 16$)	0,8879	1,7753

Faktor							
3	4	5	6	7	8	9	10
0,6561	0,8748	1,0935	1,3122	1,5309	1,7496	1,9683	2,1870
1,0872	1,4496	1,8120	2,1744	2,5368	2,8992	3,2616	3,6240
1,8267	2,4356	3,0445	3,6534	4,2623	4,8712	5,4801	6,0890
4,9506	6,6008	8,2510	9,9012	11,5514	13,2016	14,8518	16,5020
7,2339	9,6452	12,0565	14,4678	16,8791	19,2904	21,7017	24,1130
7,6137	10,1516	12,6895	15,2274	17,7653	20,3032	22,8411	25,3790
8,2212	10,9616	13,7020	16,4424	19,1828	21,9232	24,6636	27,4040
18,1815	24,2420	30,3025	36,3630	42,4235	48,4840	54,5445	60,6050
1,7442	2,3256	2,9070	3,4884	4,0698	4,6512	5,2326	5,8140
1,9125	2,5500	3,1875	3,8250	4,4625	5,1000	5,7375	6,3750
2,5860	3,4480	4,3100	5,1720	6,0340	6,8960	7,7580	8,6200
0,9111	1,2148	1,5185	1,8222	2,1259	2,4296	2,7333	3,0370
0,6759	0,9012	1,1265	1,3518	1,5771	1,8024	2,0277	2,2530
0,8382	1,1176	1,3970	1,6764	1,9558	2,2352	2,5146	2,7940
2,6637	3,5516	4,4395	5,3274	6,2153	7,1032	7,9911	8.8790

Elemente	Gefunden	Gesucht	Faktor	
			1	2
Schwefel ($S = 32,06$)	Baryumsulfat ($BaSO_4 = 233,46$)	Schwefel ($S = 32,06$)	0,1373	0,2746
	Baryumsulfat ($BaSO_4 = 233,46$)	Schwefligsäure-anhydrid ($SO_2 = 64,06$)	0,2743	0,5486
	Baryumsulfat ($BaSO_4 = 233,46$)	Schwefelsäure-anhydrid ($SO_3 = 80,06$)	0,3429	0,6858
	Baryumsulfat ($BaSO_4 = 233,46$)	Schwefelsäure-hydrat ($H_2SO_4 = 98,08$)	0,4201	0,8402
	Natriumkarbonat ($Na_2CO_3 = 106,1$)	Schwefelsäure-anhydrid (titr.) ($SO_3 = 80,06$)	0,7545	1,5090
	Natriumsulfat ($Na_2SO_4 = 142,16$)	Schwefelsäure-anhydrid ($SO_3 = 80,06$)	0,5631	1.1262
Stickstoff ($N = 14,04$)	Ammoniak ($NH_3 = 17,07$)	Salpetersäure ($HNO_3 = 63,05$)	3,6936	7,3872
	Ammoniak ($NH_3 = 17,07$)	Stickstoff ($N = 14.04$)	0,8224	1,6448
	Ammoniumchlorid ($NH_4Cl = 53,53$)	Stickstoff ($N = 14,04$)	0,2622	0,5244
	Kaliumnitrat ($[KNO_3]_2 = 202,38$)	Salpetersäure-anhydrid ($N_2O_5 = 108,08$)	0,5340	1,0680
	Kaliumnitrat ($KNO_3 = 101,19$)	Stickstoff ($N = 14,04$)	0,1387	0,2774
	Salpetersäure ($HNO_3 = 63,05$)	Stickstoff ($N = 14,04$)	0,2226	0,4452
	Stickstoff ($N = 14,04$)	Salpetersäure ($HNO_3 = 63,05$)	4,4907	8,9814
	Stickstoff ($N_2 = 28,08$)	Salpetersäure-anhydrid ($N_2O_5 = 108,08$)	3,8490	7,6980
Strontium ($Sr = 87,6$)	Kohlensäure ($CO_2 = 44$)	Strontiumkarbonat ($SrCO_3 = 147,6$)	3,3545	6,7090

Faktor							
3	4	5	6	7	8	9	10
0,4119	0,5492	0,6865	0,8238	0,9611	1,0984	1,2357	1,3730
0,7229	1,0972	1,3715	1,6458	1.9201	2,1944	2,4087	2,7430
1,0287	1,3716	1,7145	2,0574	2,4003	2,7432	3,0861	3,4290
1,2603	1,6804	2.1005	2,5206	2,9407	3,3608	3,7809	4,2010
2,2635	3,0180	3,7735	4,5270	5,2815	6,0360	6,7905	7,5450
1,6893	2,2524	2,8155	3,3786	3,9417	4,5048	5,0679	5,6310
11,0808	14,7744	18,4680	22,1616	25,8552	29,5488	33,2424	36,9360
2,4672	3,2896	4,1120	4,9344	5,7568	6,5792	7,4016	8,2240
0,7866	1,0488	1,3110	1,5732	1,8354	2,0976	2,3598	2,6220
1,6020	2,1360	2,6700	3,2040	3,7380	4,2720	4,8060	5,3400
0,4161	0,5548	0,6935	0,8322	0,9709	1,1096	1,2483	1,3870
0,6678	0,8904	1,1130	1,3356	1,5582	1,7808	2,0034	2,2260
13,4721	17,9628	22,4535	26,9442	31,4349	35,9256	40,4163	44,9070
11,5470	15,3960	19,2450	23,0940	26,9430	30,7920	34,6410	38,4900
10,0635	13,4180	16,7725	20,1270	23,4815	26,8360	30,1905	33,5450

Elemente	Gefunden	Gesucht	Faktor	
			1	2
Strontium ($Sr = 87{,}6$)	Kohlensäure ($CO_2 = 44$)	Strontiumoxyd (Strontian) ($SrO = 103{,}6$)	2,3545	4,7090
	Strontiumsulfat ($SrSO_4 = 183{,}66$)	Strontium ($Sr = 87{,}6$)	0,4769	0,9538
	Strontiumsulfat ($SrSO_4 = 183{,}66$)	Strontiumkarbonat ($SrCO_3 = 147{,}6$)	0,8036	1,6072
	Strontiumsulfat ($SrSO_4 = 183{,}66$)	Strontiumoxyd ($SrO = 103{,}6$)	0,5640	1,1280
	Strontiumnitrat ($Sr[NO_3]_2 = 211{,}68$)	Strontiumkarbonat ($SrCO_3 = 147{,}6$)	0,6972	1,3944

Faktor							
3	4	5	6	7	8	9	10
7,0635	9,4180	11,7725	14,1270	16,4815	18,8360	21,1905	23,5450
1,4307	1,9076	2,3845	2,8614	3,3383	3,8152	4,2921	4,7690
2,4108	3,2144	4,0180	4,8216	5,6252	6,4288	7,2324	8,0360
1,6920	2,2560	2,8200	3,3840	3,9480	4,5120	5,0760	5,6400
2,0916	2,7888	3,4860	4,1832	4,8804	5,4776	6,2748	6,9720

Tabellen zur Berechnung für die Verdünnung von Spiritus (von Brix).

Bei den Tabellen von Brix bezeichnen die Zahlen in der obersten Horizontallinie den Alkoholgehalt des anzuwendenden Weingeistes, die Zahlen der ersten Vertikalspalte den Prozentgehalt der Mischung. Man sucht daher in der obersten Horizontallinie den Gehalt des zu verdünnenden Spiritus und geht in derselben herab, bis sie mit der Linie, welche vorn den Alkoholgehalt der Mischung bezeichnet, sich kreuzt.

Die an diesem Kreuzungspunkt stehende Zahl deutet an, dafs 100 l des starken Spiritus mit so viel Liter Wasser, wie die Zahl angibt, gemischt werden müssen, um den verdünnten Spiritus von verlangter Stärke zu erhalten.

Beispiel: Es soll Spiritus von 86 auf 55 Prozent verdünnt werden, so müssen 100 l Spiritus mit 59,9 l Wasser gemischt werden.

Tabelle XXVIII.

Mischung	100%	99%	98%	97%	96%	95%	94%	93%	92%	91%
26	293,5	289,3	285,1	281,0	276,8	272,7	268,6	264,5	260,4	256,4
27	279,4	275,3	271,2	267,2	263,2	259,2	255,3	251,3	247,4	244,5
28	266,2	262,2	258,3	254,4	250,5	246,7	242,9	239,0	235,2	231,4
29	253,8	250,0	246,2	242,5	238,7	235,0	231,3	227,6	223,9	220,2
30	242,4	238,7	235,0	231,3	227,7	224,1	220,5	216,9	213,4	209,8
31	231,6	228,0	224,4	220,9	217,4	213,9	210,4	206,9	203,5	200,0
32	221,5	218,0	214,5	211,1	207,7	204,3	200,9	197,5	194,2	190,8
33	212,0	208,6	205,2	201,9	198,5	195,2	192,0	188,7	185,4	182,2
34	203,0	199,7	196,4	193,2	189,9	186,7	183,5	180,4	177,2	174,0
35	194,6	191,4	188,2	185,0	181,8	178,7	175,6	172,5	169,4	166,3
36	186,6	183,5	180,3	177,3	174,2	171,1	168,1	165,1	162,1	159,1
37	179,1	176,0	172,9	169,9	166,9	163,9	161,0	158,0	155,1	152,2
38	171,9	168,0	165,9	162,9	160,0	157,1	154,2	151,4	148,5	145,6
39	165,0	162,1	159,2	156,3	153,5	150,6	147,8	145,0	142,2	139,4
40	158,5	155,6	152,8	150,0	147,2	144,4	141,7	139,0	136,2	133,5
41	152,3	149,5	146,7	144,0	141,3	138,5	135,9	133,2	130,5	127,9
42	146,4	143,7	141,0	138,3	135,6	132,9	130,3	127,7	125,1	122,5
43	140,8	138,1	135,4	132,8	130,2	127,6	125,0	122,4	119,9	117,3
44	135,4	132,7	130,1	127,5	125,0	122,4	119,9	117,4	114,9	112,4
45	130,2	127,6	125,1	122,5	120,0	117,5	115,1	112,6	110,2	107,7
46	125,3	122,7	120,2	117,7	115,3	112,8	110,4	108,8	105,6	103,2
47	120,5	118,0	115,6	113,1	110,7	108,3	106,0	103,6	101,3	98,9
48	116,0	113,6	111,1	108,7	106,4	104,0	101,7	99,4	97,1	94,8

49	111,6	109,2	106,8	104,5	102,2	99,9	97,6	95,3	93,1	90,8
50	107,4	105,0	102,7	100,4	98,1	95,9	93,6	91,4	89,2	87,0
51	103,3	101,0	98,7	96,5	94,2	92,0	89,8	87,6	85,5	83,3
52	99,4	97,2	94,9	92,7	90,5	88,3	86,2	84,0	81,9	79,7
53	95,7	93,4	91,2	89,1	86,9	84,8	82,6	80,5	78,4	76,3
54	92,1	89,9	87,7	85,6	83,4	81,3	79,2	77,2	75,1	73,0
55	88,6	86,4	84,3	82,8	80,1	78,0	76,0	73,9	71,9	69,9
56	85,2	83,1	81,0	78,9	76,8	74,8	72,8	70,8	68,8	66,8
57	81,9	79,8	77,8	75,7	73,7	71,7	69,7	67,7	65,8	63,8
58	78,8	76,7	74,7	72,7	70,7	68,7	66,7	64,8	62,9	60,9
59	75,7	73,7	71,7	69,7	67,7	65,8	63,9	62,0	60,1	58,2
60	72,8	70,8	68,8	66,8	64,9	63,0	61,1	59,2	57,3	55,5
61	69,9	67,9	66,0	64,1	62,2	60,0	58,4	56,6	54,7	52,9
62	67,2	65,2	63,3	61,4	59,5	57,6	55,8	54,0	52,2	50,4
63	64,5	62,5	60,6	58,8	56,9	55,1	53,3	51,5	49,7	47,9
64	61,9	59,9	58,1	56,2	54,4	52,6	50,8	49,0	47,3	45,5
65	59,3	57,4	55,6	53,8	52,0	50,2	48,4	46,7	45,0	43,2
66	56,9	55,0	53,2	51,4	49,6	47,9	46,1	44,4	42,7	41,0
67	54,5	52,6	50,8	49,1	47,3	45,6	43,9	42,2	40,5	38,8
68	52,1	50,3	48,6	46,8	45,1	43,4	41,7	40,0	38,4	36,7
69	49,9	48,1	46,4	44,6	42,9	41,2	39,6	37,9	36,3	34,6
70	47,7	45,9	44,2	42,5	40,8	39,1	37,5	35,9	34,3	32,6
71	45,5	43,8	42,1	40,4	38,7	37,1	35,5	33,9	32,3	30,7
72	43,5	41,7	40,1	38,4	36,7	35,1	33,5	32,0	30,4	28,8
73	41,4	39,7	38,1	36,4	34,8	33,2	31,6	30,1	28,5	26,9
74	39,5	37,8	36,1	34,5	32,9	31,3	29,8	28,2	26,7	25,1
75	37,5	35,8	34,2	32,6	31,0	29,5	27,9	26,4	24,9	23,4

Mischung	90 %	89 %	88 %	87 %	86 %	85 %	84 %	83 %	82 %	81 %
26	252,3	248,2	244,2	238,1	236,1	232,1	228,1	224,0	220,0	216,0
27	239,6	235,6	231,7	227,8	223,9	220,0	216,1	212,3	208,4	204,5
28	227,7	223,9	220,1	216,3	212,6	208,8	205,1	201,3	197,6	193,8
29	216,6	212,9	209,3	205,6	202,0	198,4	194,7	191,1	187,5	183,9
30	206,3	202,7	199,2	195,6	192,1	188,6	185,1	181,6	178,1	174,6
31	196,6	193,1	189,7	186,3	182,9	179,4	176,0	172,2	169,2	165,8
32	187,5	184,1	180,8	177,5	174,2	170,9	167,6	164,3	191,0	157,7
33	178,9	175,7	172,4	169,2	166,0	162,8	159,6	156,4	153,2	150,0
34	170,9	167,7	164,6	161,4	158,3	155,2	152,0	148,9	145,8	142,8
35	163,6	160,2	157,1	154,1	151,0	148,0	144,9	141,9	138,9	135,9
36	156,1	153,1	150,1	147,1	144,2	141,2	138,2	135,3	132,4	129,4
37	149,3	146,3	143,4	140,5	137,7	134,8	131,9	129,0	126,1	123,3
38	142,8	139,9	137,1	134,3	131,5	128,7	125,8	123,0	120,9	117,5
39	136,6	133,9	131,1	128,3	125,6	122,9	120,1	117,4	114,7	111,9
40	130,8	128,1	125,4	122,7	120,0	117,3	114,6	112,0	109,3	106,7
41	125,2	122,6	119,9	117,3	114,7	112,1	109,4	106,8	104,2	101,6
42	119,9	117,3	114,7	112,2	109,6	107,0	104,5	101,9	99,4	96,9
43	114,8	112,3	109,8	107,2	104,7	102,2	99,7	97,2	94,8	92,3
44	109,9	107,5	105,0	102,5	100,1	97,6	95,2	92,8	90,3	87,9
45	105,3	102,9	100,5	98,0	95,7	93,3	90,9	88,5	86,4	83,7
46	100,9	98,5	96,1	93,7	91,4	89,1	86,7	84,4	82,0	79,7
47	96,6	94,3	91,9	89,6	87,3	85,0	82,7	80,4	78,2	75,9
48	92,5	90,2	87,9	85,7	83,4	81,2	78,9	76,7	74,4	72,2

49	88,6	86,3	84,1	81,9	79,7	77,4	75,2	73,0	70,8	68,6
50	84,8	82,6	80,4	78,2	76,0	73,9	71,7	69,5	67,4	65,2
51	81,1	79,0	76,8	74,7	72,6	70,4	68,3	66,2	64,1	62,0
52	77,6	75,5	73,4	71,3	69,2	67,1	65,0	62,9	60,9	58,8
53	74,2	72,2	70,1	68,0	66,0	63,9	61,9	59,8	57,8	55,8
54	71,0	68,9	66,9	64,9	62,9	60,9	58,8	56,8	54,8	52,8
55	67,8	65,8	63,8	61,8	59,9	57,9	55,9	53,9	52,0	50,0
56	64,8	62,8	60,9	58,9	56,9	55,0	53,1	51,1	49,2	47,3
57	61,9	59,9	58,0	56,1	54,1	52,2	50,3	48,4	46,5	44,6
58	59,0	57,1	55,2	53,3	51,4	49,5	47,7	45,8	43,9	42,1
59	56,3	54,4	52,5	50,7	48,8	47,0	45,1	43,3	41,4	39,6
60	53,6	51,8	49,9	48,1	46,3	44,4	42,6	40,8	39,0	37,2
61	51,0	49,2	47,4	45,6	43,8	42,0	40,2	38,4	36,7	34,9
62	48,6	46,8	45,0	43,2	41,4	39,7	37,9	36,1	34,4	32,6
63	461	44,4	42,6	40,8	39,1	37,4	35,6	33,9	32,2	30,5
64	43,8	42,0	40,3	38,6	36,9	35,2	33,4	31,7	30,0	28,4
65	41,5	39,8	38,1	36,4	34,7	33,0	31,3	29,6	28,0	26,3
66	39,3	37,6	35,9	34,2	32,6	30,9	29,2	27,6	26,0	24,3
67	37,1	35,5	33,8	32,2	30,5	28,9	27,2	25,6	24,0	22,4
68	35,0	33,4	31,8	30,1	28,5	26,9	25,3	23,7	22,1	20,5
69	33,0	31,4	29,8	28,2	26,6	25,0	23,4	21,8	20,2	18,7
70	31,0	29,4	27,8	26,2	34,7	23,1	21,5	20,0	18,4	16,9
71	29,1	27,5	26,0	24,4	22,8	21,3	19,7	18,2	16,7	15,1
72	27,2	25,7	24,1	22,6	21,1	19,5	18,0	16,5	15,0	13,5
73	25,4	23,9	22,3	20,8	19,3	17,8	16,3	14,8	13,3	11,8
74	23,6	22,1	20,6	19,1	17,6	16,1	14,6	13,1	11,7	10,2
75	21,9	20,4	18,9	17,4	15,9	14,5	13,0	11,5	10,1	8,6

Mischung	80%	79%	78%	77%	76%	75%	74%	73%	72%	71%
26	212,0	208,0	204,0	200,0	196,0	192,0	188,0	184,0	180,1	176,1
27	200,7	190,4	192,9	189,1	185,2	181,4	177,5	173,7	169,8	166,0
28	190,1	186,4	182,5	178,9	175,2	171,5	167,8	164,0	160,3	156,6
29	180,3	176,7	173,1	169,4	165,8	162,3	158,7	155,1	151,5	147,9
30	171,1	167,6	164,1	160,6	157,1	153,6	150,2	146,7	143,2	137,7
31	162,5	159,1	155,7	152,3	148,9	145,6	142,2	138,8	135,5	132,1
32	154,4	151,1	147,8	144,5	141,3	138,0	134,7	131,5	128,2	124,9
33	146,8	143,6	140,4	137,2	134,0	130,9	127,7	124,5	121,3	118,2
34	139,6	136,5	133,4	130,3	127,2	124,1	121,1	118,0	114,9	111,8
35	132,8	129,9	126,8	123,8	120,8	117,8	114,8	111,8	108,8	105,8
36	126,5	123,6	120,6	117,7	114,8	111,8	108,9	106,0	103,1	100,2
37	120,4	117,6	114,7	111,9	109,0	106,2	103,3	100,5	97,6	94,8
38	114,7	111,9	109,1	106,3	103,5	100,8	98,0	95,2	92,4	89,7
39	109,2	106,5	103,8	101,1	98,3	95,6	92,9	90,2	87,5	84,8
40	104,0	101,4	98,7	96,0	93,4	90,8	88,1	85,5	82,8	80,2
41	99,0	96,5	93,9	91,3	88,7	86,1	83,5	81,0	78,4	75,8
42	94,0	91,8	89,3	86,7	84,2	81,7	79,2	76,6	74,1	71,6
43	89,8	87,3	84,8	82,4	79,9	77,4	75,0	72,5	70,1	67,6
44	85,5	83,1	80,6	78,2	75,8	73,4	71,0	68,6	66,2	63,8
45	81,3	79,0	76,6	74,2	71,9	69,5	67,2	64,8	62,5	60,1
46	77,4	75,1	72,8	70,4	68,1	65,8	63,5	61,2	58,9	56,6
47	73,6	71,3	69,1	66,8	64,5	62,3	60,0	57,7	55,5	53,2
48	70,0	67,8	65,5	63,3	61,1	58,9	56,6	54,4	52,2	50,0

49	66,5	64,3	62,1	59,9	57,7	55,6	53,4	51,2	49,1	46,9
50	63,1	61,0	58,8	56,7	54,5	52,4	50,3	48,2	46,0	43,9
51	59,8	57,8	55,7	53,6	51,5	49,4	47,3	45,2	43,1	41,0
52	56,7	54,7	52,6	50,6	48,5	46,4	44,4	42,3	40,3	38,3
53	53,7	51,7	49,7	47,7	45,6	43,6	41,6	39,6	37,6	35,6
54	50,8	48,9	46,9	44,9	42,9	40,9	38,9	37,0	35,0	33,0
55	48,0	46,1	44,1	42,2	40,2	38,3	36,4	34,4	32,5	30,6
56	45,3	43,4	41,5	39,6	37,7	35,8	33,9	32,0	30,1	28,2
57	42,7	40,9	39,0	37,1	35,2	33,3	31,4	29,6	27,7	25,8
58	40,2	38,4	36,5	34,6	32,8	31,0	29,1	27,3	25,4	23,6
59	37,8	36,0	34,1	32,3	30,5	28,7	26,8	25,0	23,2	21,4
60	35,4	33,6	31,8	30,0	28,2	26,4	24,7	22,9	21,1	19,3
61	33,1	31,4	29,6	27,8	26,1	24,3	22,5	20,8	19,1	17,4
62	30,9	29,2	27,4	25,7	24,0	22,2	20,5	18,8	17,1	15,3
63	28,7	27,1	25,3	23,6	21,9	20,2	18,5	16,8	15,1	13,4
64	26,7	25,0	23,3	21,6	19,9	18,3	16,6	14,9	13,2	11,6
65	24,6	23,0	21,3	19,7	18,0	16,4	14,7	13,1	11,4	9,8
66	22,7	21,0	19,4	17,8	16,1	14,5	12,9	11,3	9,6	8,0
67	20,8	19,2	17,5	15,9	14,3	12,7	11,1	9,5	7,9	6,3
68	18,9	17,3	15,7	14,1	12,5	11,0	9,4	7,8	6,3	4,7
69	17,1	15,5	14,0	12,4	10,8	9,3	7,7	6,2	4,6	3,1
70	15,3	13,8	12,2	10,7	9,2	7,6	6,1	4,6	3,0	1,5
71	13,6	12,1	10,6	9,0	7,5	6,0	4,5	3,0	1,5	
72	11,9	10,5	8,9	7,4	6,0	4,5	3,0	1,5	1,4	79
73	10,3	8,9	7,4	5,9	4,4	2,9	1,5	1,4	2,8	78
74	8,7	7,3	5,8	4,4	2,9	1,5	1,4	2,8	4,2	77
75	7,2	5,8	4,3	2,9	1,4	1,4	2,8	4,3	5,7	76

Mischung	70%	69%	68%	67%	66%	65%	64%	63%	62%	61%
26	172,1	168,1	164,2	160,2	156,2	152,2	148,3	144,3	140,4	136,4
27	162,2	158,3	154,5	150,7	146,8	143,0	139,2	135,4	131,6	127,8
28	152,9	149,2	145,5	141,8	138,1	134,4	130,8	127,1	123,4	119,7
29	144,3	140,7	137,2	133,6	130,0	126,4	122,9	119,3	115,8	112,2
30	136,3	132,8	129,4	125,9	122,4	119,0	115,5	112,1	108,6	105,2
31	128,7	125,4	122,0	118,7	115,3	112,1	108,6	105,3	102,0	98,6
32	121,7	118,4	115,2	111,9	108,7	105,4	102,2	98,9	95,7	92,5
33	115,0	111,8	108,7	105,5	102,4	99,2	96,1	92,9	89,8	86,7
34	108,8	105,7	102,6	99,5	96,5	93,4	90,4	87,3	84,3	81,2
35	102,8	99,8	96,9	93,9	90,9	87,9	85,0	82,0	79,0	76,0
36	97,3	94,3	91,4	88,5	85,6	82,7	79,9	77,0	74,1	71,1
37	92,0	89,1	86,3	83,5	80,6	77,8	75,0	72,2	69,4	66,6
38	86,9	84,2	81,4	78,7	75,9	73,2	70,4	67,7	64,9	62,2
39	82,1	79,4	76,8	74,1	71,4	68,7	66,0	63,4	60,7	58,0
40	77,6	75,0	72,3	69,7	67,1	64,5	61,9	59,3	56,6	54,0
41	73,2	70,7	68,1	65,6	63,0	60,5	57,9	55,4	52,8	50,3
42	69,1	66,6	64,1	61,6	59,1	56,6	54,1	51,6	49,1	46,7
43	65,2	62,6	60,3	57,8	55,4	52,9	50,5	48,1	45,6	43,2
44	61,4	59,0	56,6	54,2	51,8	49,4	47,0	44,7	42,3	39,9
45	57,8	55,4	51,1	50,7	48,4	46,1	43,8	41,4	39,1	36,8
46	54,3	52,0	49,7	47,4	45,1	42,9	40,6	38,3	36,0	33,8
47	51,0	48,7	46,5	44,3	42,0	39,8	37,6	35,3	33,1	30,9
48	47,8	45,6	43,4	41,2	89,0	36,8	34,6	32,5	30,3	28,1

	82 %	83 %	84 %	85 %	86 %	87 %	88 %	89 %	90 %	Mischung
49	44,7	42,6	40,4	38,3	36,1	34,0	31,8	29,7	27,6	25,4
50	41,8	39,7	37,6	35,5	33,4	31,3	29,2	27,1	25,0	22,9
51	39,0	36,9	34,8	32,7	30,7	28,6	26,6	24,5	22,4	20,4
52	36,2	34,2	32,2	30,1	28,1	26,1	24,1	22,0	20,0	18,0
53	33,6	31,6	29,6	27,6	25,6	23,6	21,7	19,7	17,7	15,7
54	31,1	29,1	27,2	25,2	23,2	21,3	19,3	17,4	15,5	13,5
55	28,6	26,7	24,8	22,9	20,9	19,0	17,1	15,2	13,3	11,4
56	26,3	24,4	22,5	20,6	18,7	16,8	14,9	13,1	11,1	9,3
57	24,0	22,1	20,3	18,4	16,6	14,7	12,9	11,0	9,2	7,3
58	21,8	19,9	18,1	16,3	14,5	12,6	10,8	9,0	7,2	5,4
59	19,6	17,8	16,0	14,2	12,5	10,7	8,9	7,1	5,3	3,5
60	17,6	15,8	14,0	12,3	10,5	8,7	7,0	5,2	3,5	1,7
61	15,6	13,8	12,1	10,4	8,6	6,9	5,2	3,4	1,7	
62	13,6	11,9	10,2	8,5	6,8	5,1	3,4	1.7	1,3	89
63	11,7	10,1	8,4	6,7	5,0	3,3	1,7	1,3	2,6	88
64	9,9	8,3	6,6	4,9	3,3	1,6	1,3	2,6	3,9	87
65	8,1	6,5	4,9	3,2	1,6	1,3	2,5	3,9	5,2	86
66	6,4	4,8	3,2	1,6	1,3	2,6	3,9	5,2	6,6	85
67	4,8	3,2	1,6	1,3	2,6	3,9	5,3	6,6	8,0	84
68	3,1	1,6	1,3	2,7	4,0	5,3	6,7	8,0	9,4	83
69	1,5	1,3	2,7	4,0	5,4	6,7	8,1	9,4	10,8	82
	1,3	2,7	4,0	5,4	6,8	8,1	9,5	10,9	12,3	81
1,4	2,7	4,1	5,5	6,8	8,2	9,6	11,0	12,4	13,8	80
2,7	4,1	5,5	6,9	8,3	9,7	11,1	12,5	13,9	15,3	79
4,2	5,6	7,0	8,4	9,8	11,2	12,6	14,0	15,5	16,9	78
5,6	7,0	8,4	9,9	11,3	12,7	14,2	15,6	17,1	18,5	77
7,1	8,5	10,0	11,4	12,9	14,3	15,8	17,2	18,7	20,2	76
81 %	82 %	83 %	84 %	85 %	86 %	87 %	88 %	89 %	90 %	Mischung

Mischung	60%	59%	58%	57%	56%	55%	54%	53%	52%	51%
26	132,5	128,5	124,6	120,6	116,7	112,7	108,8	104,9	100,9	97,0
27	123,9	120,1	116,3	112,5	108,7	104,9	101,1	97,3	93,6	89,8
28	116,9	112,3	108,7	105,0	101,3	97,7	94,0	90,3	86,7	83,6
29	108,9	105,1	101,5	98,0	94,4	90,9	87,4	83,8	80,3	76,8
30	101,8	98,3	94,9	91,4	88,0	84,6	81,2	77,7	74,3	70,9
31	95,3	92,0	88,6	85,3	82,0	78,7	75,3	72,0	68,7	65,4
32	89,2	86,0	82,2	79,6	76,3	73,1	69,4	66,7	63,5	60,3
33	83,5	80,4	77,3	74,1	71,0	67,9	64,8	61,6	58,5	55,4
34	78,2	75,1	72,1	69,0	66,0	63,0	59,9	56,9	53,9	50,8
35	73,1	70,1	67,2	64,2	61,3	58,3	55,4	52,4	49,5	46,5
36	68,3	65,4	62,5	59,7	56,8	53,9	51,1	48,2	45,3	42,5
37	63,8	61,0	58,2	55,4	52,6	49,8	47,0	44,2	41,4	38,6
38	59,5	56,7	54,0	51,3	48,5	45,8	43.1	40,4	37,7	34,9
39	55,4	52,7	50,0	47,4	44,7	42,0	39,4	36,8	34,1	51,5
40	51,5	48,8	46,2	43,7	41,1	38,5	35,9	33,3	30,7	28,1
41	47,7	45,2	42,7	40,1	37,6	35,1	32,5	30,0	27,5	25,0
42	44,2	41,7	39,2	36,8	34,3	31,8	29,3	26,9	24,4	22,0
43	40,8	38,4	36,0	33,5	31,1	28,7	26,3	23,9	21,5	19,1
44	37,6	35,2	32,8	30,4	28,1	25.7	23,4	21,0	18,7	16,3
45	34,5	32,1	29,8	27,5	25,2	22,9	20,6	18,3	16,0	13,7
46	31,5	29,2	27,0	24,7	22,4	20,2	17,9	15,7	13,4	11,2
47	28,7	26,4	24,2	22,0	19,8	17,6	15,4	13,2	11,0	8,8
48	25,9	23,7	21,6	19,4	17,2	15,1	12,9	10,8	8,6	6,4

91%	92%	93%	94%	95%	96%	97%	98%	99%	100%	Mischung
49	23,3	21,2	19,0	16,9	14,8	12,7	10,5	8,4	6,3	4,2
50	20,8	18,7	16,6	14,5	12,4	10,4	8,3	6,2	4,1	2,1
51	18,3	16,3	14,2	12,2	10,2	8,1	6,1	4,1	2,0	
52	16,0	14,0	12,0	10,0	8,0	6,0	4,0	2,0	1,3	99
53	13,8	11,8	9,8	7,8	5.9	3,9	1,9	1,3	2,6	98
54	11,6	9,6	7,7	5,8	3,9	1,9	1,3	2,6	3,9	97
55	9,5	7,6	5,7	3,8	1,9	1,3	2,5	3,8	5,2	96
56	7,5	5,6	3,7	1,9	1,2	2,5	3,8	5,1	6,5	95
57	5,5	3,7	1,8	1,2	2,5	3,8	5,1	6,4	7,8	94
58	3,6	1,8	1,3	2,5	3,8	5,1	6,4	7,7	9,1	93
59	1,8	1,2	2,5	3,8	5,1	6,4	7,7	9,1	10,5	92
	1,3	2,5	3,8	5,1	6,4	7,7	9,0	10,4	11,8	91
1,3	2,5	3,8	5,1	6,4	7,7	9,0	10,4	11,8	13,2	90
2,5	3,8	5,1	6,4	7,7	9,1	10,4	11,8	13,2	14,6	89
3,8	5,2	6,5	7,8	9,1	10,4	11,8	13,2	14,7	16.1	88
5,2	6,5	7,8	9,1	10,4	11,8	13,2	14.6	16,0	17,5	87
6,5	7,8	9,1	10,5	11,9	13,2	14,6	16,1	17,5	19,0	86
7,9	9,2	10,6	11,9	13,3	14,7	16,1	17,5	19,0	20,5	85
9,3	10,7	12.0	13,4	14,8	16,2	17,6	19,1	20,5	22,0	84
10,7	12,1	13,5	14,9	16,3	17,7	19,1	20,6	22,1	23,6	83
12,2	13,6	15,0	16,4	17,8	19,2	20,7	22,2	23,7	25,2	82
13,7	15,1	16,5	17,9	19,4	20,8	22,3	23,8	25,3	26,8	81
15,2	16,6	18,1	19,5	20,9	22,4	23,9	25,4	27,0	28,5	80
16,7	18,2	19,6	21,1	22,6	24,0	25,6	27,1	28,6	30,2	79
18,4	19,8	21,3	22,8	24,2	25,7	27,3	28,8	30,4	32,0	78
20,0	21,5	23,0	24,4	25,9	27,5	29,0	30,6	32,2	33,8	77
21,7	23,2	24,7	26,2	27,7	29.2	30,8	32,4	34,0	35.6	76

Nachtrag.

Zu Seite 222 ist noch zu bemerken:

Nach den neuesten Untersuchungen von Dr. P. Herrmann-Dormagen (Zentralblatt 1904, pag. 701) über die Haltbarkeit des Diffusionssaftes, hält sich letzterer, wenn er auf einer Batterie gewonnen ist, in welcher die Schnitzel gleich zu Anfang möglichst hoch erhitzt werden, in unkonserviertem Zustande ziemlich lange unverändert. Erst nach 2 Stunden konnte eine kleine, innerhalb die Versuchsgrenzen fallende Polarisationsabnahme (ca. 0,05 %) bemerkt werden. (Reine Aufbewahrungsgefäfse vorausgesetzt.)

Von den vom Versuchsansteller benutzten Konservierungsmitteln, Bleiessig ausgenommen, konnte weder Chloroform noch Sublimat oder auch Formaldehyd den Saft länger als 4 Stunden vor Zersetzung schützen.

Durch Zusatz von $^1/_{10}$ Volumen Bleiessig gelang es jedoch, den Saft 36 Stunden lang vor jeder Veränderung zu bewahren.

Analyse des Ultramarins[1])

unter besonderer Rücksichtnahme auf seine Verwendung in der Zuckerfabrikation.

Mitgeteilt von

J. C. Stein & Co., Dresden.

Ultramarin enthält seiner chemischen Zusammensetzung nach Tonerde, Natron (Kali), Kieselsäure und Schwefel. Seine Konstitution ist bis heute unbekannt. Es sind zwar verschiedene Vorschläge zu einer chemischen Formel gemacht worden, von denen aber noch keiner als zutreffend be-

[1]) Vorstehende Untersuchungsvorschriften verdanke ich der Liebenswürdigkeit der Firma J. C. Stein & Co. in Dresden.



zeichnet werden konnte. Die verschiedenen Sorten unterscheiden sich durch die quantitativen Verhältnisse der angegebenen Teile.

Die Untersuchung erstreckt sich in erster Linie auf Feinheit und Färbekraft. Man prüft:

a) Auf *Feinheit.* Man legt eine kleine Probe auf ein mit feinster Seidengaze überspanntes Siebchen und verreibt mit dem Finger. Etwaige gröbere Teilchen fühlt man ganz fein heraus. Eine andere Prüfung ist folgende: Man wägt ca. 1 g der Probe ab, schüttelt mit 200 ccm Wasser um und läſst ruhig stehen. Je feiner das Blau ist, desto länger hält sich dasselbe schwebend in dem Wasser und desto länger erscheint dasselbe blau. Diese Probe gilt auch für die Löslich- resp. Verteilbarkeit des Ultramarins im Wasser. Ultramarin, das sich bei dieser Probe nicht völlig löst, ist für die Zuckerraffinerie nicht vorteilhaft geeignet.

b) Auf *Färbekraft.* Man mischt 0,5 g der zu untersuchenden Sorte innig in einer Reibschale mit 5 g feinst gesiebtem gebrannten Ton oder sonst einem weiſsen Pulver, wie Gips, Baryumsulfat oder Litopone. Man vermeide jedoch beim Mischen starkes Drücken. Die Mischung streicht man mit einem Hornspatel auf Papier und vergleicht sie mit einer anderen Sorte, einer sogenannten Normalsorte, die man sich auf dieselbe Art wie die vorherige bereitet hat. Zu dieser Prüfung braucht man gutes, helles, aber kein blendendes Licht, am besten Tageslicht zur Mittagszeit.

Es ist ratsam, sich von einer sehr farbreichen Sorte Standmischmuster zu machen, z. B. 100 g Weiſs, 10 g Blau, und bezeichnet diese Mischung als 50 %. Nun macht man sich eine Skala aufwärts mit je 5 g Weiſs weniger und abwärts mit je 5 g Weiſs mehr und bezeichnet diese Sätze mit 51, 52, 53 % usw. und 49, 48, 47 %, etwa folgendermaſsen:

85	g Weiſs,	10	g Blau	53 %.
90	" "	10	" "	52 "
95	" "	10	" "	51 "
100	" "	10	" "	50 "
105	" "	10	" "	49 "
110	" "	10	" "	48 "

Mit diesen Normalsätzen kann man dann andere neue Sorten, die in dem obigen Verhältnis gemischt sind, also 1 Blau : 10 Weiſs vergleichen. Man kann dann die Farbkraft in Prozenten ausdrücken.

Die Alaunfestigkeit des Ultramarins kommt bei der Zuckerraffinerie nicht in Betracht und ist daher die Prüfung darauf belanglos. Es ist vielmehr eine andere Untersuchung von Wichtigkeit.

Der Rohzucker kann, wenn das Eisen, das in der Rübe enthalten ist, bei der Behandlung des Rübensaftes mit Kalkmilch nicht vollständig entfernt worden ist, noch Eisen enthalten, welches mit freiwerdendem Schwefelwasserstoff des Ultramarins Schwefeleisen gibt, das grau gefärbt ist und den Zucker so färben kann. Es ist daher noch eine Untersuchung vorzunehmen, wieviel Schwefelwasserstoff durch Kochen mit Wasser aus dem Ultramarin frei wird.

Man wägt 50 g des Ultramarins ab, übergiefst mit destilliertem Wasser und erwärmt. Die sich entwickelnden Dämpfe leitet man in 50 ccm zehntelnormaler Jodlösung. Diese befindet sich in einem U-förmigen Rohr, welches stellenweise Erweiterungen besitzt. Damit sich das Jod aus der Lösung nicht verflüchtigen kann, gibt man an das Ende desselben lose Watte, die mit einer Jodkaliumlösung getränkt ist, und obenauf legt man sicherheitshalber noch einige Jodkalium-Kristalle.

Nach Beendigung der Reaktion wird das U-Rohr in ein Becherglas quantitativ gespült und mit zehntelnormaler Natriumthiosulfatlösung bis zur Entfärbung titriert. Die Differenz gibt die verbrauchte Menge Jodlösung. Die Gleichung, nach der die Reaktion vor sich geht, ist:

$$H_2S + 2J = 2HJ + S.$$

Danach wird auch die Menge Schwefelwasserstoff berechnet. Das Ultramarin soll möglichst so beschaffen sein, dafs höchstens 0,015 g Schwefelwasserstoff aus 100 g Ultramarin beim Kochen mit Wasser frei werden.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung . . . . = 0,0017 g Schwefelwasserstoff.
1 „ $^1/_{10}$ „ Natriumthiosulfat. . = 0,0034 „ „ „

Die anderen Bestimmungen sind für Ultramarin, das in der Zuckerfabrikation Verwendung findet, belanglos.

Berichtigung.

Seite 329, Zeile 14 von unten lies für Prozent *CaO* g *CaO* per Liter.

Alphabetisches Sachregister.

Abfalllauge 273.
— Kaligehalt 274.
— spezifisches Gewicht 273.
— Stickstoffgehalt 274.
— Zuckergehalt 273.
Ablaufwasser 262.
Absüſsspindel 265.
Absüſswasser 262.
— Nichtzucker 264.
— Salzgehalt 264.
— Wassergehalt 264.
— Zuckergehalt 262.
Adhäsion 86.
Adjustiertisch 85.
Alkohol 524.
Alkoholbrei-Polarisation 212.
Ammoniak 525.
Ammoniak-Ammoniumkarbonatlösung 125.
Ammonium-Molybdatlösung 535.
Ammoniumnitrat 526.
Ammoniumoxalat 526.
Ammoniumzitrat 525.
Ammonsulfat 489.
— Feuchtigkeitsgehalt 489.
— Stickstoffgehalt 489.
Anhang 500.
Apatit 485.
Aräometer 71.
Aräometer-Zylinder 85.
Archimedisches Prinzip 87.
Asbestrohr nach Soxhlet 117.
Asbest-Zylinder 64.
Aschen-Schälchen 144.
Äther 523.
Atomgewichte 543.
Ätzbaryt 526.
Ätzkalk 328.
Ätznatron 409.
Aufbewahren von Saftproben 222.
Azotometer 461.

Bakerguano 481.
Balling 84.
Beaumé, Spindel nach 84.
Beleuchtungsvorrichtung, elektrische 65.
Beobachtungslampen, homogenes Licht 62.
— weiſses Licht 63.
Beobachtungsröhre 65.
— Einwirkung der Temperatur auf die Länge 69.
— Länge 65.
— Längenkontrolle 68.
— mit Erweiterung 67.
— mit Wassermantel 66.
— nach Pellet 67.
Bichromatlösung 69.
Birotation 6.
Bleiessig, Aufbewahrungsflasche 136.
— Bereitung 527.
— Bleipapier 527.
Blutlaugensalz, gelbes 530.
Blutmehl 474.
Bodenuntersuchungen 428.
— Ammoniakstickstoff 445.
— chemisch gebundenes Wasser 443.
— Chlor 446.
— Eisen 448.
— Gesamtstickstoff 445.
— Glühverlust 443.
— Humus 444.
— Hygroskopisches Wasser 443.
— Kohlensäure 444.
— Salpetersäurestickstoff 445.
— Schwefel 446.
Braunes Salz 356.
Brenner nach Stolle 116.
Brennmaterialien 381.
— Allgemeines 381.
— Aschenbestimmung 383.
Brennmaterialien, Brennwert, berechnet nach der Elementaranalyse 387.
— Elementaranalyse 385.
— Probenahme 382.
— Schwefelgehalt 384.
— Verbrennung im Kalorimeter 388.
— Wasserbestimmung 383.
Brix 73.
Bromlauge 527.
Bromwasser 528.

Carnallit 471.
Chilisalpeter 490.
— Chlorgehalt 490.
— Feuchtigkeitsgehalt 490.
— Perchloratgehalt 490.
— Sandgehalt 490.
— Schwefelsäure 490.
— Stickstoff 491.
Chlorammoniumlösung 298.
Chlorbaryumlösung 528.
— titrierte 284.
Clerget 128.
Cölestin 350.
Cyankaliumlösung 124.

Deckgläser 68.
Dextrose 4.
Dicksaft 252.
— Alkalität 256.
— Asche 256.
— Farbe 256.
— Invertzucker 257.
— Nichtzucker 256.
— Raffinose 257.
— spezifisches Gewicht 252.
— Wassergehalt 256.
— Zuckergehalt 255.
Digestion, heiſse alkoholische 209.
— heiſse wässrige 212.

Digestion, kalte alkoholische 212.
— kalte wässrige 212.
Digestionsapparat 210.
Digestionskolben 210.
Digestionskolben nach Stift 212.
Digestionsmethoden 209.
Dosenlibelle 86.
Düngemittel 454.
— Ammoniakstickstoff 460, 493.
— Gesamtphosphorsäure 470.
— Gesamtstickstoff 457, 493.
— Kali 492.
— organischer Stickstoff 493.
— Phosphorsäure 467, 492.
— Probenahme 473.
— Salpetersäurestickstoff 493.
— Salpeterstickstoff, Methode Ulsch 458.
— — Schlösing-Grandeau-Wagner 458.
— Stickstoff nach Kjeldahl-Wilfarth 454.
— Vorschriften für die Untersuchungen 473.
— Wasserbestimmung 474.
Dünnsäfte 222.
— Alkalität 246.
— Aschengehalt 244.
— Farbe 250.
— Invertzucker 245.
— Kalkgehalt 249.
— Nichtzucker 227.
— organischer Nichtzucker 244.
— Reinheitsquotient 236.
— spezifisches Gewicht 223.
— Wassergehalt 227.
— Zuckergehalt 225.

Eichung der Mefsgefäfse 500.
Eisenchlorürlösung 529.
Endlauge 273.
Entfernung der Lichtquelle vom Polarisationsapparat 38.
Entluftungsapparat 224.
Essigsäure 529.
Exsikkator 142.
Extraktion, alkoholische 204.
Extraktionsapparat des Berliner Vereins-Laboratoriums 206.

Faktorentabelle 549.
Farbe 163.
Farbenapparate, Theorie der 41.
Farbenmafs nach Stammer 164.
Fehling'sche Lösung 115.
Ferrocyankalium 530.
Filtertrockenglas, Wägegläschen 219.
Filtration, Verdunstung bei der 137.
Filtrierglas 219.
Filzfilter 218.
Fischguano 474.
Fleischdüngemehl 474.
Formel für die Berechnung des spezifischen Gewichtes 89.
Füllmasse 252.
— Alkalität 256.
— Asche 256.
— Farbe 256.
— Invertzucker 257.
— Kristallgehalt 257.
— Nichtzucker 256.
— Raffinose 257.
— spezifisches Gewicht 252.
— Wassergehalt 256.
— Zuckergehalt 255.

Gärung, Buchners Untersuchungen 12.
— Einwirkung der Spaltpilze 12.
— Hefepilze 11.
— Mechanismus der Fermentwirkung 11.
— Spaltung der Kohlenhydrate durch Enzyme 10.
Gasolingasofen 146.
Gebrannter Kalk 328.
Geifsler's Apparat 323.
Gerlach 73.
Gips, gebrannter 530.
Gipswasser 530.
Glühmasse 355.
Glykose 4.
— Azetylester 9.
— Darstellung 4.
— Einwirkung von Reagentien auf 8.
— Entstehung 4.
— Osazonbildung 9.
Glykose, physikalische Eigenschaften 5.
— Reduktionsvermögen 9.
— Schmelzpunkt 8.
— Vorkommen 4.
Guanophosphate 481.

Haare 474.
Halbschattensaccharimeter 44.
— mit doppelter Keilkompensation 56.
— mit einfacher Keilkompensation 56.
Harnsäure 480.
Härte des Wassers 283.
Härtegrade 285.
Heizflüssigkeiten nach Soxhlet 140.
Heizstoffe siehe Brennmaterialien 381.
Hink'sche Lampe 64.
Hornmehl 474.
Hundertpunkt der Saccharimeter 48.
Hydraulische Presse 223.
Hydrostatische Wage 87.
— — nach Mohr-Westphal 88.

Indigolösung 291.
Indikatoren 504.
Inversion 2.
Inversionsmethode 113.
Inversionsvorschrift (Herzfeld) 113.
Invertzucker 16.
— Bestimmung gewichtsanalytisch 114.
— — nach Soxhlet 120.
— — — Stolle 123.
— Darstellung 16.
— Drehungsvermögen 17.
— physikalische Eigenschaften 17.
— Reduktionsvermögen 18.
— Vorkommen 16.
— Zusammensetzung 16.

Jarrisguano 481.
Jodkalium 531.
Jodzinkstärkelösung 296.

Kainit 471.
Kalibestimmungen 470.
— genaue Methode 470.
— schnelle Methode 471.

Kalisalpeter 491.
— Kaligehalt 491.
— Stickstoff 491.
Kalisalze 492.
— Feuchtigkeit 492.
— Kaligehalt 492.
Kaliseife 283.
Kaliumchromat 533.
Kaliumnitritlösung 536.
Kaliumpermanganat 533.
Kaliumplatinchlorid 471.
Kalk 317.
— Stiepel's Apparat 335.
Kalkmilch 334.
— Best. mit dem Aräometer 334.
Kalkofenbetrieb, Kontrollapparat 335.
Kalksaccharate 25.
— Kalkgehalt 270.
— spezifisches Gewicht 269.
— Zuckergehalt 270.
Kalkspat, Prismen 32.
Kalkstein 317.
— Alkalien 327.
— Eisenoxyd und Tonerde 324.
— Feuchtigkeit 322.
— Glühverlust 322.
— Kalk 325.
— Kalzimeter 318.
— Kohlensäure 323.
— Magnesia 326.
— Schwefelsäure 327.
— titrimetrische Kalkbestimmung 319.
— Unzersetztes 324.
Kalkwasser 532.
Karamelan 24.
Karamelen 24.
Karamelin 24.
Kaustische Soda 409.
— — Gesamttiter 410.
— — Wassergehalt 409.
Keilkompensation 43.
Knochenkohle 361.
— Allgemeines 361.
— als Düngemittel 481.
— Eisen 378.
— Entfärbungskraft 378.
— Gips 374.
— kohlensaurer Kalk 370.
— Kohlenstoff 368.
— Phosphorsäure 378, 481.
— Probenahme 366.
— Sand und Ton 368.
— spezif. Gewicht, scheinbares 367.
Knochenkohle, spezif. Gewicht, wirkliches 367.
— Sulfidschwefel 376.
— Unlösliches 482.
— Wasserbestimmung 367.
— Zuckergehalt 379.
Knochenmehl, aufgeschlossenes 477.
Kohlehydrate 1.
Kohlensaures Natrium 405.
— Ätznatrongehalt 408.
— Natriumchlorid 408.
— Natriumsulfat 408.
— Titer 407.
— Wassergehalt 407.
Konzentrisches Gesichtsfeld 55.
Koprolith 485.
Kubikzentimeter, Mohr's 47.
— wahre 47.
Kupferchlorürlösung (Orsat's Apparat) 533.

Lackmus 507.
Lackmuspapier 508.
Lävulosan 15.
Lävulose 13.
— Darstellung 13.
— Einwirkung von Reagentien 15.
— physikalische Eigenschaften 14.
— Vorkommen 13.
Leblanc-Soda 405.
Ledermehl 474.
Lippich'scher Polarisator 45.
Lufttrockenschrank 140.

Magnesia-Mischung 534.
Maltose 26.
— Barfoëd'sches Reagens 27.
— Darstellung 26.
— Einwirkung von Reagentien 27.
— Halbrotation 27.
— Löslichkeit 27.
Mejillonesguano 481.
Melasse 252.
— Alkalität 256.
— Entschaumung 253.
— Farbe 256.
— Invertzucker 257.
— Nichtzucker 256.
— Raffinose 257.
— Salze 256.
— spezifisches Gewicht 253.
Melasse, Wasser 256.
— Zucker 255.
Melassefutter 494.
— Fett 499.
— Feuchtigkeit 499.
— Stickstoff 499.
— Zucker 494.
Melassekalk 269.
Melassepyknometer 253.
Melitriose oder Raffinose 28.
Meniskus 135.
Messingschälchen 134.
Meſsröhre 341.
— Frühling & Schulz 343.
— Stammer 341.
Methylorange 509.
Millon's Reagens 535.
Mineralböden 428.
— Absorptionsgröſse 433.
— Alkalien 441.
— Behandlung mit Fluſssäure 442.
— Behandlung mit kalter Salzsäure 437.
— Behandlung mit heiſser Salzsäure 438.
— Behandlung m. Schwefelsäure 441.
— Behandlung mit CO_2-haltigem Wasser 436.
— chemische Untersuchung 436.
— Eisenoxyd 439.
— Kalk 440.
— Kieselsäure 438, 442.
— Mangan 440.
— Magnesia 440.
— mechanische Analyse 430.
— Phosphorsäure 439.
— physikalische Untersuchung 433.
— Probenahme 429.
— Schwefelsäure 441.
— Tonerde 439.
— wasserfassende Kraft 435.
— Wasserkapazität 435.
— Zerstörung des Humus 438.
Mohr'sche Wage 88.
Moorboden 450.
— Bestimmung der einzelnen Bestandteile 452.
— Probenahme 450.
— Trockensubstanz 452.
— Veraschung 452.

Moorboden, Volumgewicht 451.
Molybdänlösung 535.
Muffel 145.
Muffelbrenner für Spiritus 145.
Muffelofen 146.
Multirotation, Ursachen der 6.

Naphtol, α- 208.
Natriumkarbonat, s. kohlensaures Natron 405.
Natriumlicht 62.
Natriumphosphat 536.
Natriumstifte 63.
Natron, kaustisches, s. Ätznatron 405.
Natronlauge 411.
— für Stickstoffbestimmungen 537.
Natronsalpeter 490.
Nefsler's Reagens 538.
Neusilberschale 134.
Neusilbertrichter 134.
Nikol'sches Prismen 32.
Normal-Gewicht 47.
— Lösungen 512.
— Natronlauge 517.
— Oxalsäure 515.
— Salpeterlösung 459.
— Salpetersäure 519.
— Salzsäure 513.
— Schwefelsäure 515.
— Temperatur 501.
Normalzuckerlösung 47.
Nullpunkt 48.

Optische Inversionsmethode 127.
Orsat's Apparat 401.
Osmosewässer, Alkalität 277.
— Invertzucker 277.
— spezifisches Gewicht 276.
— Zuckergehalt 276.
Osteolith 485.
Oxalsäure 537.
— $^1/_{100}$ normal 305.

Permanganat-Lösung 520.
Peruguano, roher 478.
— Asche 480.
— Feuchtigkeit 478.
— Phosphorsäure 479.
— Sand 480.
— Stickstoff 479.
Phenolphtaleïn 510.
Phenol-Schwefelsäure 587.
Phosphat, Dikalzium- 466.
— Monokalzium- 466.
— Tetrakalzium- 466.
— Trikalzium- 466.
Phosphate, präzipitierte 485.
— — Gesamtphosphorsäure 485.
— — zitratlösliche Phosphorsäure 485.
Phosphorite 485.
— Feuchtigkeit 485.
— Phosphorsäure 485.
Phosphorsäurebestimmungen 466.
— Molybdänmethode 467.
— Zitratmethode 468.
Platinchlorid 537.
Platinmuffel 145.
Polarisationsapparat 53.
— Halbschattenapparat mit einf. Keilkompensation (Schmidt & Hänsch) 56.
— Laurent 55.
— mit beschränkter Skala 60.
— mit doppelter Keilkompensation 59.
— mit elektrischer Beleuchtung 30.
— mit Skala am Quarzkeil (Bruhns) 65.
— mit vergröfserter beschränkter Skala 61.
— Soleil-Ventzke-Scheibler 56.
— von Peters 62.
— von Josef & Jan Frič (Prag) 62.
Polarisationsebene 134.
Polarisationskölbchen 30.
Polarisationsmethode 30.
Polarisiertes Licht 30.
Polyhalit 471.
Präzipitat 485.
Presse, hydraulische 190.
Prefsschlamm, siehe Scheideschlamm 266.
Probesäure 247.
Pyknometer 89.
— Melasse für 253.
— mit Thermometer 90.
— nach Sprengel 90.

Quarz 33.
Quecksilberchlorid 222.
Quecksilberkaliumjodid, Nefsler's Reagens 538.
Quotient, Reinheits- 177.

Raffinationswert 167.
Raffinose 28.
— Inversion 29.
— physikalische Eigenschaften 29.
— Vorkommen 28.
Rauchgase 399.
— Analyse 399.
— Orsat's Apparat 400.
Reagentien 523.
Rechnungsfaktoren 549.
Reduktionsapparat 118.
Reduktion im Wasserstoffstrom 118.
Reflexionsebene 30.
Regulatoren 141.
Reimann'sche Wage 88.
Reinheitsquotient 236.
Reinigungskohle 532.
Rendement 167.
Rhodan-Ammonium 309.
Rohrzucker 19.
— chemisch reiner 539.
— Darstellung 19.
— Einflufs der Temperatur auf die Drehung 23.
— Einflufs fremder Stoffe a. d. Kristallbildung 20.
— Einwirkung der Säuren auf 25.
— Einwirkung der Wärme auf 24.
— Kristalle 20.
— Löslichkeit in Alkohol 21.
— Löslichkeit in Alkohol, Schrefeld's Tabelle 22.
— Löslichkeit in Wasser 21.
— Oxydationsmittel 24.
— physikalische Eigenschaften 20.
— Vorkommen 19.
Rosolsäure 247.
Rübe, Invertzuckergehalt 220.
— Markgehalt 217.
— Saftgehalt 217.
— Wassergehalt 220.
— Zuckerbestimmung in der 198.
Rübenrohsäfte 222.
Rübensamen 420.
— Feuchtigkeit 422.

Rübensamen, fremde Bestandteile 422.
— Keimfähigkeit 422.
— Normen für den Handel 420.
Rübenuntersuchung nach Krüger 214.

Saccharate 25.
Saccharimeter 53.
— Ablesevorrichtung von Schmidt u. Hänsch 59.
— dreiteiliges Gesichtsfeld 46.
— Nullpunktsveränderungen 69.
Saccharimeterskala 47.
— Prüfung derselben 48.
Saccharimetrie 30.
Saccharose s. unter Rohrzucker 19.
Saftuntersuchungen, Krause 238.
— Stiepel 240.
Salpetersäure 540.
— dreiviertel normale 275.
Salz, braunes 356.
— weifses 356.
Salzsäure 415.
— Arsengehalt 416.
— Schwefelsäure 416.
— Stärke derselben 415.
Saturationsgas 340.
— Röhre von Frühling u. Schulz 342.
— Scheibler's Apparat 343.
— Schwefelwasserstoff 349.
— schweflige Säure 348.
— Stammer's Röhre 340.
Saturierter Saft, Asche 271.
— Nichtzucker 271.
— Wasser 271.
— Zuckergehalt 271.
Säuren, Inversionsgeschwindigkeit 16.
Scheibler's Apparat zur Bestimmung des kohlensauren Kalziums 371.
— für Saturationsgas 343.
Scheidekalk 328.
— Alkalien 334.
— Eisenoxyd und Tonerde 331.
— Gesamtkalk 331.
— Hydratwasser 330.
— Kalk 331.
— Kieselsäure 330.
— Kohlensäure 330.
Scheidekalk, Magnesia 332.
— Prüfung nach Herzfeld 332.
— Schwefelsäure 329.
— titimetr. Bestimmung d. freien *CaO* 331.
Scheideschlamm, Berechnung 488.
— Kali 488.
— kohlensaurer Kalk 488.
— Phosphorsäure 487.
— Stickstoff 488.
— Zuckergehalt 266.
Schlamm, brauner u. weifser 356.
Schlempekohle 357.
— Chlorkalium 358.
— Feuchtigkeit 357.
— Gesamt-Alkali 358.
— kohlensaures Kali 359.
— — Natrium 360.
— phosphorsaures Kali 359.
— Probenahme 357.
— schwefelsaures Kali 359.
— Unlösliches 357.
Schleimsäure 29.
Schleudersalz 275, 356.
Schnitzel, ausgelaugte 216.
— optisch aktive Nichtzucker 217.
Schwefelkalium 456.
Schwefelsäure 540.
— normale 515.
Schwefelsaures Ammonium s. Ammoniumsulfat 489.
Seifenlösung 521.
Silberlösung 541.
Senkkörper nach Reimann 89.
Sirup s. Füllmassen 252.
Soda s. kohlensaures Natrium 405.
Soxhlet's Asbestfilter 118.
Spezif. Gewichtsmethode 71.
— im Pyknometer 89.
Spindel 71.
— nach Volquartz 74.
— mit Korrektionsskala 74.
Spiritusgasbrenner 145.
Stärkezucker 4.
Steinkohlen s. Brennmaterialien 381.
Strahlengang im Polarisationsapparat 34.
Stickstoffbestimmung 454.
— durch Destillation 460.
— nach Jodlbauer 457.
— — Kjeldahl 454.
Stickstoffbestimmung durch Gasmessung 460.
— nach Schösing-Grandeau-Wagner 458.
Strontianit 350.
— Eisenoxyd und Tonerde 353.
— Feuchtigkeit 352.
— Kalziumkarbonat 355.
— qualitative Analyse 351.
— Strontiumkarbonat 350.
— Unlösliches 353.
— vereinfachte Analyse 355.
Strontiumsaccharat 275.
Sublimat 222.
Superphosphate 486.
— Feuchtigkeit 486.
— Phosphorsäure, Gesamt- 487.
— — wasserlösliche 486.
— — zitratlösliche 487.
Sylvin 471.

Tabelle I. Temperaturkorrektion für Saccharimeterangaben $t = 17,5$ 75.
— II. Temperaturkorrektionen für Saccharimeterangaben $t = 20^0$ 76.
— III. Dichte des Wassers bei verschiedenen Temperaturen 91.
— IV. Vergleichstabelle zwischen spez. Gewicht und Graden nach Beaumé 93.
— V. Zur Berechnung des dem vorhandenen Invertzucker entsprechenden Rohrzuckergehaltes (Herzfeld) 121.
— VI. Temperaturkorrektion nach Hammerschmidt 129.
— VII a. Zur Berechnung des Prozentgehaltes an Invertzucker bei Gegenwart von Saccharose aus dem gefundenen Kupfer für 10 g Substanz (Herzfeld) 551.
— VII b. Zur Berechnung des Prozentgehaltes an Invertzucker bei Gegenwart von Saccharose aus dem gefundenen Kupfer

für 5 g Substanz Baumann) 155.
Tabelle VIII. Tabelle der bei der Bestimmung des Invertzuckers neben Rohrzucker in Rechnung zu stellenden Faktoren (E. Hiller) 158.
— IX. Zur Ermittelung der Prozente Brix aus der Dichte bei 20° C. 174.
— X. Zur Berechnung des Rohrzuckergehaltes aus der gefundenen Kupfermenge bei 2 Minuten Kochdauer und 0,1625 g Ablauf 179.
— XI. Zur Berechnung des Rohrzuckergehaltes aus der gefundenen Kupfermenge bei 2 Minuten Kochdauer (Zuckersteuer-Gesetz) 190.
— XII. Schmitz' Tabelle 228.
— XIII. Für Gewichtsteile Kalk 320.
— XIV. Gehalt der Kalkmilch (Blattner) 335.
— XV. Zur Ermittelung des $CaCO_3$ in der Knochenkohle (Scheibler) 373.
— XVI. Zur Berechnung der HCl zur Entkalkung der Knochenkohle 375.
— XVII. Spezifisches Gewicht von Lösungen von $CaCO_3$ (Gerlach-Lunge) 406.
— XVIII. Gehalt von Ätznatronlaugen 411.
— XIX. Handelsgrade der Soda 412.
— XX. Volumgewichte der Salzsäure (Lunge-Marchlewsky) 418.
— XXI. Dietrich's Tabelle I für die Absorption des Stickgases 463.
— XXII. Dietrich's Tabelle II für die Gewichte eines Kubikzentimeters Stickstoff in Milligrammen 464.
— XXIII. Internationale Atomgewichte 543.
— XXIV. Dichtigkeit des Wassers bei verschiedenen Temperaturen bezogen auf + 4° C. 544.
Tabelle XXV. Tension des Wasserdampfes in Millimeter Quecksilber für die Temperaturen von — 2° bis + 23° C. nach Regnault 545.
— XXVI. Vergleichung der Thermometerskalen von Celsius, Réaumur und Fahrenheit 547.
— XXVII. Faktorentabellen zur Berechnung quantitativer Analysen 549.
— XXVIII. Berechnung für die Verdünnung von Spiritus (von Brix) 564.
Tannin 494.
Tarierblech 134.
Thomasschlacke, Feinmehlgehalt 484.
— Kalk 483.
— Kieselsäure 484.
— Phosphorsäure 482.
— Sand 484.
— Thomasmehl 482.
Titrierapparat nach Knöfler 125.
Tonerdehydrat 542.
Traubenzucker, siehe Glykose 4.
Trockenschälchen 141.
Trockenschrank 140.

Übersicht über die Zuckerarten 1.
Umrechnung der Ventzke-Grade in Kreisgrade 70.

Vakuum-Trockenschrank 141.
Veraschungsofen nach Herzfeld 146.
— nach Courtonne 145.
— nach Wiesnegg 146.
Vergröfserungsskala 60.
Versuchszentrifuge 257.

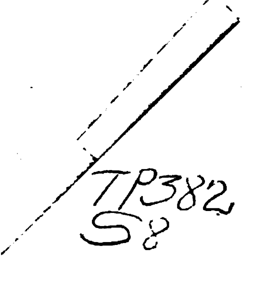
Wärme-Einheit 387.
Wasser 278.
— Abdampfrückstand 281.
— Abwässer, Probenahme 314.
— Albuminoïd-Ammoniak 301.
— Alkalinität 287.
— Allgemeines 278.
Wasser, Ammoniak 297.
— Chlor 289.
— Eisen 308.
— Eiweifsverbindungen 313.
— Farbe 280.
— gelöster organ. Stickstoff 300.
— Glühverlust 282.
— Härtebestimmung 283.
— Hefe 313.
— Kalk 288.
— Kohlensäure 309.
— Magnesia 288.
— Nitrate 291.
— Nitrite 294.
— organisch gebundener Stickstoff 301.
— organ. Substanzen 302.
— physikalische Eigenschaften 280.
— Reinigung 314.
— Salpetersäure 291.
— salpetrige Säure 294.
— Sauerstoff 311.
— Schwefelsäure 290.
— Schwefelwasserstoff 310.
— Stärke 313.
— suspendierter Stickstoff 300.
— Zucker 313.
Wasserlösliche Phosphorsäure 467.
Wasserwage 86.
Weifses Salz 356.
Wertzahl nach Stammer 244.
Wolle 474.
Wollstaub 474.

Zinkstaub 542.
Zitratlösl. Phosphorsäure 469.
Zuckerarten, Schematisierung der 1.
Zucker 132.
— Alkalität 150.
— Aschengehalt 143.
— Farbe 163.
— gewichtsanalytische Bestimmung geringer Mengen Invertzucker neben Rohrzucker qualitativ, quantitativ 152.
— gewichtsanalytische Bestimmung gröfserer Mengen Invertzucker neben Rohrzucker 156.
— Invertzucker 152.

Zucker, Klärung 135.
— Nichtzucker 160.
— Polarisation 134.
— Probenahme 133.
— Reinasche 149.
— Rendement oder Raffinationswert 167.
— Rohrzucker, Raffinose u. gröfsere Mengen Invertzucker nebeneinander 160.
— schweflige Säure 166.
— titrimetrische Bestimmung des Invertzuckers neben Rohrzucker (Cyankaliummethode) 158.
— Wassergehalt 139.
— Zucker u. Raffinose 130.
Zuckerrübe 196.
— Mark 217.
— Saft 217.
— Wasser 220.
— Zerkleinerung 203.
— Zucker 198.
Zuckerrübensamen 420.
— Feuchtigkeit 422.
— fremde Bestandteile 422.
— Keimfähigkeit 422.
— Normen für den Handel 420.
— Schmutzgehalt 422.
Zuckersteuer-Gesetz vom 6. Januar 1903 169.
— — Abwägen und Auflösen der Probe, Auffüllen zu 100 ccm 182.
Zuckersteuer-Gesetz vom 6. Januar 1903, allgemeine Vorschriften, Anlage A 169.
— — — — Anlage B 173.
— — Anleitung für die Chemiker, Anlage B 173.
— — — — Steuerstellen 169.
— — — zur Ermittelung des Zuckergehaltes von zuckerhaltigen Waren 187.
— — Berechnung des Quotienten 172.
— — Bestimmung des Quotienten 170.
— — Dessertbonbons 192.
— — Dragees (überzukkerte Samen und Kerne, auch unter Zusatz von Mehl) 191.
— — eingedickte Milch 194.
— — Ermittelung der Prozente Brix 171.
— — Feststellung des Quotienten ohne Rücksicht auf Raffinose 177.
— — — — — der Abläufe mit Rücksicht auf Raffinosegehalt 178.
— — Filtrierung 184.
— — flüssiger Raffinadezucker 194.
— — Füllung in das Beobachtungsrohr 184.
Zuckersteuer-Gesetz vom 6. Januar 1903, Invertzuckersirup 194.
— — Kakes und ähnliche Backwaren 192.
— — Karamellen (Bonbons, Boltjes) mit Ausnahme der nicht vergütungsfähigen Gummibonbons 191.
— — Klärung 183.
— — Marzipanmasse 192.
— — Polarisation 172.
— — Polarisation der Lösung 187.
— — Polarisationsgeräte 182.
— — Raffinadzeltchen 191.
— — Schaumwaren 191.
— — Schlufsbestimmung, Anlage B 181.
— — Schokolade und andere kakaohaltige Waren 191.
— — Untersuchung der Zuckerabläufe auf Invertzuckergehalt 169.
— — verzuckerte Früchte 192.
— — Vorbereitung des Polarisationsapparates zur Beobachtung 185.
— — zuckerhaltige alkoholische Flüssigkeiten 194.

Druck von Friedrich Stollberg in Merseburg.


Digitized by Google


TP382
S8

